

PUBLICATIONS DE L'INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE

COURS DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DU PÉTROLE ET DES MOTEURS

II

XAVIER NORMAND

**LEÇONS SOMMAIRES
SUR L'INDUSTRIE
DU RAFFINAGE
DU PÉTROLE**

technip

SOCIÉTÉ DES ÉDITIONS TECHNIP

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE ET DU COMMERCE
DIRECTION DES CARBURANTS
INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE
ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DU PÉTROLE
ET DES MOTEURS A COMBUSTION INTERNE
CENTRE D'ÉTUDES SUPÉRIEURES
DES MOTEURS A COMBUSTION INTERNE
ET DES APPLICATIONS DES PRODUITS DU PÉTROLE

LEÇONS SOMMAIRES
SUR L'INDUSTRIE DU RAFFINAGE DU PÉTROLE

par **XAVIER NORMAND**
Ancien élève de l'Ecole Polytechnique
Directeur du Raffinage
à la Société Française des Pétroles BP

II

TOME I

Première partie

LES PETROLES BRUTS ET LEURS DERIVES

Chapitre I	Recherche du pétrole. Champs pétrolifères
Chapitre II	Pétroles bruts. Production et réserves mondiales
Chapitre III	Les dérivés du pétrole
Chapitre IV	Méthodes d'analyse des dérivés gazeux, liquides et solides du pétrole

Deuxième partie

LA DISTILLATION FRACTIONNEE

Note sur les opérations de raffinage

Chapitre V	La distillation fractionnée
Chapitre VI	Instruments de mesure et de régulation dans les unités de fabrication

Troisième partie

CONVERSIONS PAR TRANSFORMATIONS MOLECULAIRES

Chapitre VII	Conversion des produits lourds (cracking)
Chapitre VIII	Transformation des essences (reforming, isomérisation)
Chapitre IX	Synthèses de carburants à partir des gaz
Chapitre X	Constitution des carburants pour l'automobile et l'aviation
Chapitre XI	Pétroléochimie

© 1963

INSTITUT FRANÇAIS DU PETROLE
et SOCIETE DES EDITIONS TECHNIP

Table des matières

TOME II

Quatrième partie

EPURATION DES DERIVES DU PETROLE

	Pages
Chapitre XII Epuration des produits légers	7
Note sur l'épuration des huiles lubrifiantes	17
Chapitre XIII Précipitation de l'asphalte du résidu sous vide par le propane	23
Chapitre XIV Extraction des hydrocarbures aromatiques des coupes lubrifiantes par les solvants sé- lectifs	39
Chapitre XV Précipitation des paraffines et cires des cou- pes lubrifiantes par les solvants sélectifs.	75
Chapitre XVI Traitements finisseurs appliqués aux huiles lubrifiantes et aux paraffines. Additifs ...	99
Chapitre XVII Préparation des bitumes	121

Cinquième partie

Chapitre XVIII Le raffinage du pétrole dans le monde et en France	155
Annexe I Production et distribution des utilités dans les raffineries	179
Annexe II Etablissement des programmes de fabrication. Programmation linéaire	231
Annexe III Organisation de l'encadrement sur l'industrie du raffinage du pétrole	253
Annexe IV L'évolution de l'industrie du raffinage du pétrole pendant les quarante dernières années	273

QUATRIÈME PARTIE

CHAPITRE XII

ÉPURATION DES PRODUITS LÉGERS

Avec ce chapitre nous commençons l'étude des méthodes d'épuration des produits que nous avons soit séparés du pétrole brut par distillation fractionnée, soit obtenus au cours d'opérations de conversion et sélectionnés ensuite éventuellement par des rectifications.

L'épuration constitue le troisième groupe des opérations de raffinage que nous avons définies au début de la deuxième partie de cet ouvrage. Elle a pour but l'élimination des impuretés contenues dans les produits sortant des opérations précédentes et qui empêcheraient leur bonne utilisation.

GAZ

Un des gaz naturels les plus difficiles à épurer au monde est assurément celui de Lacq. Il a en effet la composition suivante :

CH_4		69,1 %
H_2S		15,2 %
CO_2		10,2 %
C_2H_6		3,0 %
C_3H_8		0,9 %
C_4H_{10}		0,5 %
$\text{C}_5 +$		0,5 %
Incondensables (Azote) .		0,6 %
		100 %

Ajoutons qu'il sort des puits à la pression de 500 hpz environ.

EPURATION DES PRODUITS LEGERS

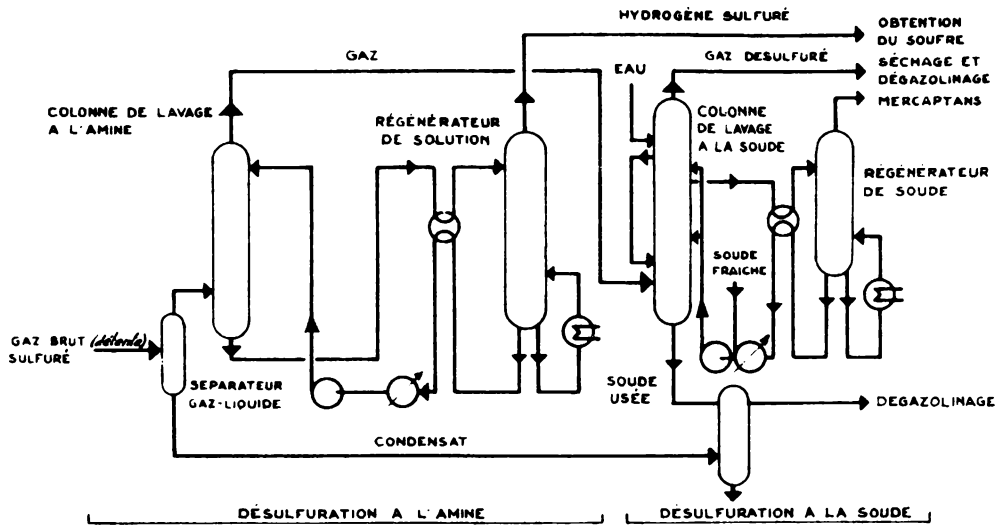


Fig.1. Désulfuration des gaz .

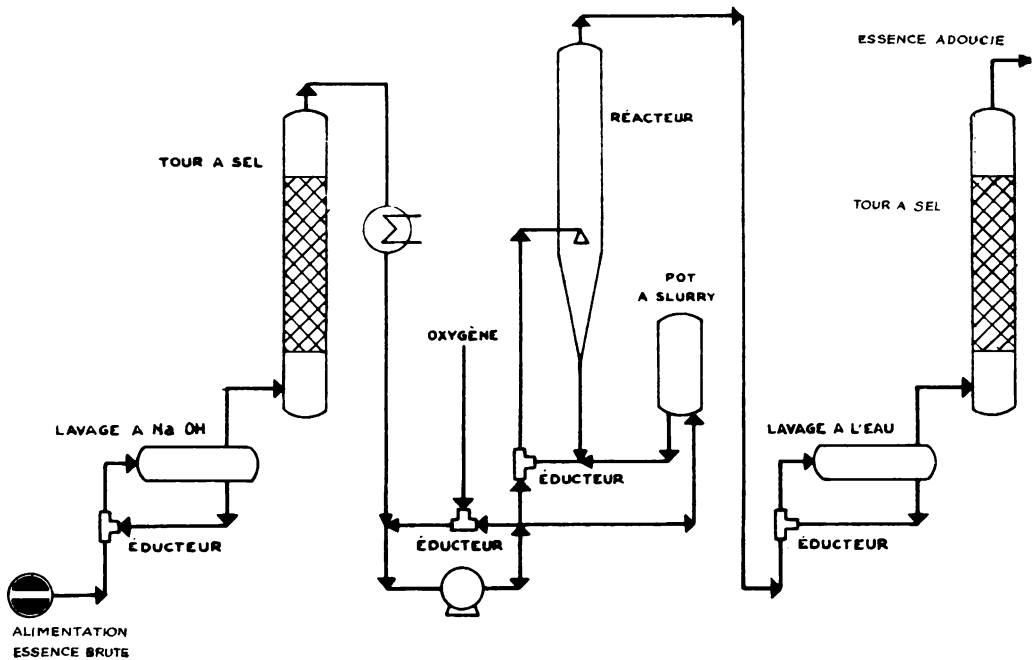


Fig.2. Adoucissement des essences au CuCl_2 (SLURRY).

EPURATION DES PRODUITS LEGERS

Détente et séchage

On commence par détendre le gaz à sa pression de traitement, 70 hpz, qui est la pression convenable pour l'émission à la sortie de l'usine. Des précautions sont prises pour éliminer l'eau condensée par la détente et pour éviter la production d'hydrates qui provoqueraient des obstructions aux coudes du réseau. On y parvient, pour le moment, en réchauffant le gaz que la détente a refroidi et en y ajoutant du méthanol qui agit comme antigel.

Désulfuration et décarbonatation

Ces deux opérations s'effectuent simultanément en deux phases.

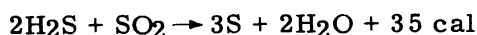
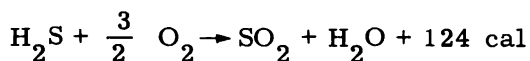
Dans la première, c'est l'eau sous pression qui dissout une partie des acides faibles que sont l' H_2S et le CO_2 . La solution aqueuse d' H_2S et de CO_2 est détendue à la pression atmosphérique et lâche ses gaz qui sont expédiés vers l'unité de récupération de soufre.

Dans la seconde, le gaz, partiellement désulfuré et décarbonaté, traverse une solution aqueuse de mono ou diéthanolamine qui absorbe le restant d' H_2S et de CO_2 . L'amine est sortie de l'appareillage d'absorption ; on la chauffe pour en chasser les acides faibles qui sont envoyés vers l'unité de récupération de soufre.

Quant au gaz presque complètement désulfuré, on achève de le purifier en le faisant passer à travers une colonne de lavage à la soude caustique (voir figure 1 ci-contre).

Récupération du soufre

On extrait le soufre de l' H_2S par une méthode dérivée du procédé Claus et dont les réactions sont les suivantes :



Le rendement de conversion est maximal vers 200°C . La première équation (combustion de l' H_2S) est réalisée dans un four de réaction travaillant à une température relativement élevée. Une partie de l' H_2S se transforme en SO_2 et le mélange des gaz passe ensuite

EPURATION DES PRODUITS LEGERS

dans un convertisseur catalytique contenant de la bauxite activée où s'effectue surtout la deuxième réaction de formation du soufre.

Après désulfuration et décarbonatation le gaz passe au dégazolinage qui lui enlèvera toutes les parties lourdes susceptibles de se condenser dans le réseau de distribution. On récupère en même temps des tonnages appréciables de propane, de butane et d'essence légère.

L'usine de Lacq depuis son achèvement produit en effet sensiblement chaque année :

- 4 milliards de mètres cubes de gaz épuré
- 130 000 tonnes de propane et butane
- 260 000 tonnes d'essence
- 1 400 000 tonnes de soufre.

ESSENCES

Les coupes constitutives d'essence fabriquées dans les raffineries, proviennent généralement d'opérations de natures très différentes et elles nécessiteront par conséquent l'application de méthodes d'épuration adaptées aux impuretés à éliminer.

Nous aurons fait une bonne revue de la question en examinant comment on traite les coupes suivantes qui sont les plus usuelles dans les raffineries :

- Coupe d'essence provenant de la distillation d'un pétrole brut sulfuré
- Coupe d'essence provenant d'un reforming catalytique
- Coupe d'essence provenant d'un cracking catalytique
- Coupe d'essence provenant d'un steam cracking.

1. - Les coupes d'essence provenant de la distillation directe des bruts du Proche-Orient, par exemple, sont assez sulfurées et il est nécessaire de les épurer. Cela tient d'abord à la mauvaise odeur des mercaptans qu'il convient d'éliminer et, d'autre part, à l'action diminutive sur la susceptibilité au PbEt₄ des composés sulfurés sur l'essence quand leur concentration atteint certaines valeurs.

Prenons comme exemple un mélange d'heptane-isooctane d'indice d'octane Research 65. Additionnons-le de 0,3 cm³ de PbEt₄ et nous constatons que son indice d'octane atteint 76. Si l'on ajoute à l'essence 0,10 % de soufre sous forme de disulfure d'éthyle, l'indice d'octane

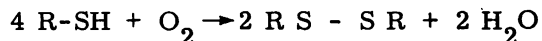
EPURATION DES PRODUITS LEGERS

au départ sera toujours bien de 65, mais il ne sera plus que de 69,5 au lieu de 76 après addition de 0,3 cm³ de PbEt₄.

Il y a donc bien là, parmi d'autres, une raison de se préoccuper du soufre dans les essences.

Les essences directes sulfurées seront toujours traitées en premier lieu à la soude caustique qui en élimine l'hydrogène sulfuré. Le second traitement qui leur sera appliqué dépend de la quantité de soufre qu'elles contiennent encore après le lavage à la soude. Si cette quantité ne dépasse pas 0,07 % par exemple, on pourra se contenter d'utiliser pour l'essence un procédé dit "d'adoucissement" (Sweetening) dont le plus employé actuellement est le procédé au chlorure de cuivre sous l'une de ses deux formes : lit fixe ou "Slurry". Si la teneur en soufre est plus élevée, on fera appel aux "solutizers" qui sont des solvants sélectifs des composés sulfurés.

"Adoucir" les essences, c'est transformer leurs mercaptans (R-SH) malodorants en disulfures (R₂S₂) qui, eux, n'ont aucune odeur, par la réaction d'oxydation :



Cette réaction est obtenue par exemple en mettant en contact l'oxygène ou l'air avec l'essence, en présence de chlorure de cuivre (CuCl₂) et ceci peut être réalisé, comme nous l'avons dit plus haut, sous deux formes.

a) Epuration au CuCl₂ en lit fixe

Ce lit fixe est constitué par une certaine épaisseur (quelques mètres en général) de pierre ponce imbibée de chlorure de cuivre. L'essence est au préalable débarrassée de l'H₂S qu'elle peut contenir, par lavage à la soude caustique. On la sèche sur un filtre à sel et on la chauffe ensuite de quelques degrés de manière qu'elle puisse dissoudre la petite quantité d'eau qui sera formée par la réaction. On injecte de l'oxygène ou de l'air dans l'essence avant de la faire passer sur le lit fixe.

A la sortie du lit fixe, elle est refroidie et on la passe sur filtre à sel pour la débarrasser de sa légère humidité.

b) Epuration au CuCl_2 en "Slurry" (voir figure 2 ci-avant)

L'essence est d'abord débarrassée de son H_2S par un traitement à la soude caustique tout comme dans le cas du lit fixe. Elle est également filtrée sur sel et chauffée de quelques degrés pour les mêmes raisons que tout à l'heure.

Elle est ensuite aspirée par une pompe centrifuge alimentée en même temps par une autre quantité (1/10 environ du débit principal) d'essence dans laquelle on a injecté de l'oxygène ou de l'air.

Le mélange d'essence et d'oxygène, en grande partie dissous, est envoyé à l'aspiration d'un éducteur alimenté d'un autre côté par le slurry (bouillie de CuCl_2 , terre à foulon et essence). Tout le mélange : essence, oxygène, slurry est pompé vers un réacteur à fond conique où le slurry décante facilement tandis que l'essence adoucie s'échappe par le haut de l'appareil ; elle est ensuite séchée à travers un filtre à sel. Le slurry décanté est recirculé ensuite dans le réacteur.

Le procédé en lit fixe est un peu plus simple d'application et peut être mis en œuvre sans surveillance permanente, c'est-à-dire sans frais de personnel. Le slurry, qui comporte un recyclage du réactif et des dosages plus délicats, nécessite plus d'attention et d'interventions de la main-d'œuvre, mais il permet le traitement d'essences plus chargées en mercaptans que le procédé en lit fixe.

Le premier pourra s'appliquer sans inconvénient à des essences dont la teneur en soufre mercaptan est inférieure ou égale à 0,04 %, le second lorsque les teneurs seront comprises entre 0,04 % et 0,07 %.

Il existe plusieurs autres traitements adoucissants tels que le plombite de soude et désulfurants tels que l'unisol à la soude en solution alcoolique. Ils sont moins répandus que les précédents.

Si l'essence contient davantage de soufre, les méthodes d'adoucissement que nous venons de voir seront insuffisantes, car il ne suffit pas de la désodoriser. Il est nécessaire de la désulfurer pour que l'addition ultérieure de PbEt_4 puisse lui faire atteindre le niveau d'octane désiré. On y parviendra par l'emploi de solvants sélectifs spéciaux appelés "solutizers".

c) Epuration par les solutizers

Ces solutizers, qui peuvent être de l'isobutyrate de potasse ou des composés phénoliques ou encore du tannin avec de l'acide isobutyrique, ont une affinité notable pour les mercaptans. Ils extraient ceux-ci de l'essence par simple lavage à froid. Les mercaptans seront chassés ensuite du solutizer par chauffage et entraînement à la vapeur, de sorte que le solutizer peut être réutilisé continuellement pour une nouvelle extraction.

2. - Les essences provenant de reforming catalytique n'ont généralement besoin d'aucun traitement. C'est qu'en effet la matière première entrant dans le reforming catalytique est totalement désulfurée par hydrogénation en présence d'un catalyseur au cobalt molybdène. Elle ne contient, d'autre part, aucun hydrocarbure diéthylénique qui pourrait être générateur de gommes.

3. - L'essence provenant du cracking catalytique sera en général coupée en deux. La partie la plus légère ne nécessite qu'un petit traitement à la soude caustique. La partie lourde recevra d'abord ce même traitement à la soude qui sera suivi d'un adoucissement au chlorure de cuivre ou au solutizer.

Pour stabiliser complètement les 2 coupes, on leur ajoutera quelques millièmes d'un inhibiteur de gommes qui n'est autre qu'un anti-oxygène de Moureu et Dufraisse. Il en existe de très nombreux qui sont caractérisés par une fonction phénol au bout d'une chaîne plus ou moins longue.

4. - Les raffineries ont quelquefois à traiter des essences qui sont les sous-produits d'un steam cracking destiné à la fabrication de l'éthylène et du propylène.

Ces essences contiennent une proportion assez notable d'hydrocarbures diéthyléniques, générateurs de gommes et qu'il est indispensable d'éliminer. On les soumettra donc à un traitement d'hydrogénation en présence de nickel qui transformera les diéthyléniques en saturés ou à tout le moins en éthyléniques. L'opération sera suivie d'une redistillation afin d'éliminer les produits qui se seront polymérisés pendant le stockage ou au cours du traitement.

SOLVANTS, WHITE SPIRITS, CARBUREACTEURS ET PETROLE

Ces produits sont généralement préparés par simple distillation, sauf s'il s'agit de solvants et white spirits aromatiques qui proviennent du reforming catalytique. Ces derniers ne réclament aucun traitement chimique, car le reforming catalytique en présence de quantités massives d'hydrogène, nous l'avons dit tout à l'heure, les a désulfurés et stabilisés.

Les premiers recevront un traitement chimique qui dépendra essentiellement de la qualité du pétrole brut d'où ils proviennent. Dans la majorité des cas, on pourra se contenter d'un traitement à la soude caustique suivi d'un adoucissement au CuCl_2 . S'ils sont fortement sulfurés, on fera appel aux solutizers ou même éventuellement à l'acide sulfurique concentré suivi d'une neutralisation à la soude caustique. Cette dernière méthode est encore employée assez souvent pour l'épuration des white spirits destinés à la peinture et dont l'odeur doit être par conséquent douce, lorsque le pétrole brut dont ils sont issus est un pétrole sulfuré du Proche-Orient.

Il peut être nécessaire de désaromatiser les solvants, white spirits et pétroles, les premiers pour ne pas être astreint aux précautions que la loi prescrit lorsque la teneur en benzol est supérieure à 5 %, les pétroles pour augmenter leur pouvoir éclairant et la durée du fonctionnement des lampes sans carbonisation de la mèche.

On dispose de 2 procédés très efficaces pour la désaromatisation ; le plus ancien est l'extraction Edeleanu par l'anhydride sulfureux. Le produit à épurer et le réactif sont pompés en contre-courant. Les hydrocarbures aromatiques se dissolvent sélectivement dans l'anhydride sulfureux recueilli d'un côté pendant que le produit désaromatisé l'est d'un autre. On neutralise ce dernier à la soude caustique et l'anhydride sulfureux est chassé par ébullition de la fraction aromatique qu'il a dissoute et celle-ci pourra être utilisée pour certaines applications où le pouvoir solvant des aromatiques est absolument nécessaire. L'anhydride sulfureux est recyclé et sert indéfiniment, aux pertes d'opération près.

Le procédé nouveau est l'hydrogénation, devenue économique depuis qu'il existe dans toutes les raffineries des reforming catalytiques générateurs d'hydrogène comme sous-produit. L'hydrogène en présence d'un catalyseur approprié (nickel) transforme les hydrocarbures aromatiques en naphtènes. Ce procédé a l'avantage sur le précédent d'être plus simple, très propre, de ne causer aucune corrosion au métal de l'appareillage. Il conduit d'autre part à un rendement

EPURATION DES PRODUITS LEGERS

de 100 % c'est-à-dire à autant de produit raffiné que de matière première.

Précisons cependant que, pour éviter l'empoisonnement du catalyseur nickel, il est nécessaire de désulfurer l'essence aromatique avant de l'hydrogéner pour obtenir des naphtènes.

GAS-OIL

Certains pétroles bruts contiennent des gas-oils instables et il est nécessaire de traiter ces derniers d'une manière adéquate pour leur donner une qualité marchande.

Les uns ont une acidité élevée qu'on réduira à la soude caustique. Quelques rares fois, il sera nécessaire de faire appel soit aux procédés d'extraction par solvants, soit, après un lavage à la soude, au vieux procédé à l'acide sulfurique concentré suivi d'un autre lavage à la soude. Dans ce cas il est souvent nécessaire de faire appel aux champs électrostatiques pour aider la décantation des réactifs usés.

Il est assez rare, répétons-le, qu'avec les pétroles bruts disponibles en Europe ces traitements spéciaux aient à être appliqués. Le gas-oil fabriqué à partir du brut d'Hassi-Messaoud est particulièrement neutre et pur. Il ne contient même que des traces de soufre.

Ce fait va, bien entendu, habituer la clientèle à des gas-oils tout à fait parfaits et lorsque les raffineries auront à produire aussi des gas-oils à partir de bruts plus sulfurés, comme le sont ceux du Proche-Orient, il sera nécessaire de les désulfurer si on veut être en mesure de les vendre.

La désulfuration des gas-oils, qui aurait été autrefois difficile et onéreuse, est aujourd'hui réalisée aisément par l'hydrogène dont on dispose en grande quantité dans les raffineries. Tous les composés sulfurés peuvent en effet être transformés en hydrogène sulfuré en présence de catalyseur et à une température convenable. L'élimination de l' H_2S formé est ensuite très simple.

On suivra sur le schéma de la figure 3 les opérations qui conduisent à la désulfuration du gas-oil.

Le gas-oil d'alimentation reçoit une injection d'hydrogène et le mélange sous pression de 50 - 60 hpz est chauffé à une température

EPURATION DES PRODUITS LEGERES

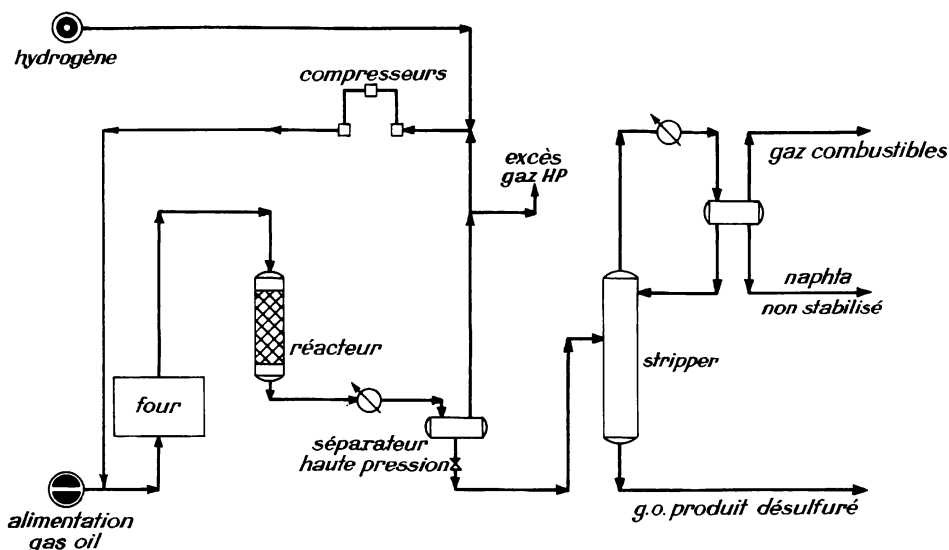


Fig.3. Désulfuration à l'hydrogène

un peu supérieure à 400°C dans un four tubulaire. Il est ensuite maintenu à cette pression pendant son passage dans un réacteur chargé de catalyseur cobalt-molybdène sur alumine.

L'hydrogène alimenté avec le gas-oil transforme dans ces conditions la presque totalité des composés sulfurés présents en H_2S qui se dissout dans le gas-oil.

On envoie le mélange (gas-oil, H_2S , H_2) dans un séparateur d'hydrogène d'où ce dernier gaz s'échappe pour être recyclé dans le réacteur. Le gas-oil tenant en dissolution le H_2S est évacué par le bas du séparateur vers une petite tour de stripping à la vapeur où l'hydrogène sulfuré et les petites quantités de produits volatils qui ont été formées au cours de l'opération sont éliminés.

Le gas-oil désulfuré est refroidi, lavé à la soude caustique pour élimination des traces d' H_2S qu'il contient encore et pompé ensuite vers les réservoirs de stockage.

Partant d'une matière première contenant par exemple 1,5 % de soufre, l'hydrodésulfuration fait aisément baisser cette teneur à un chiffre compris entre 0,02 % et 0,10 %.

NOTE SUR L'ÉPURATION DES HUILES LUBRIFIANTES

HUILES MOTEUR

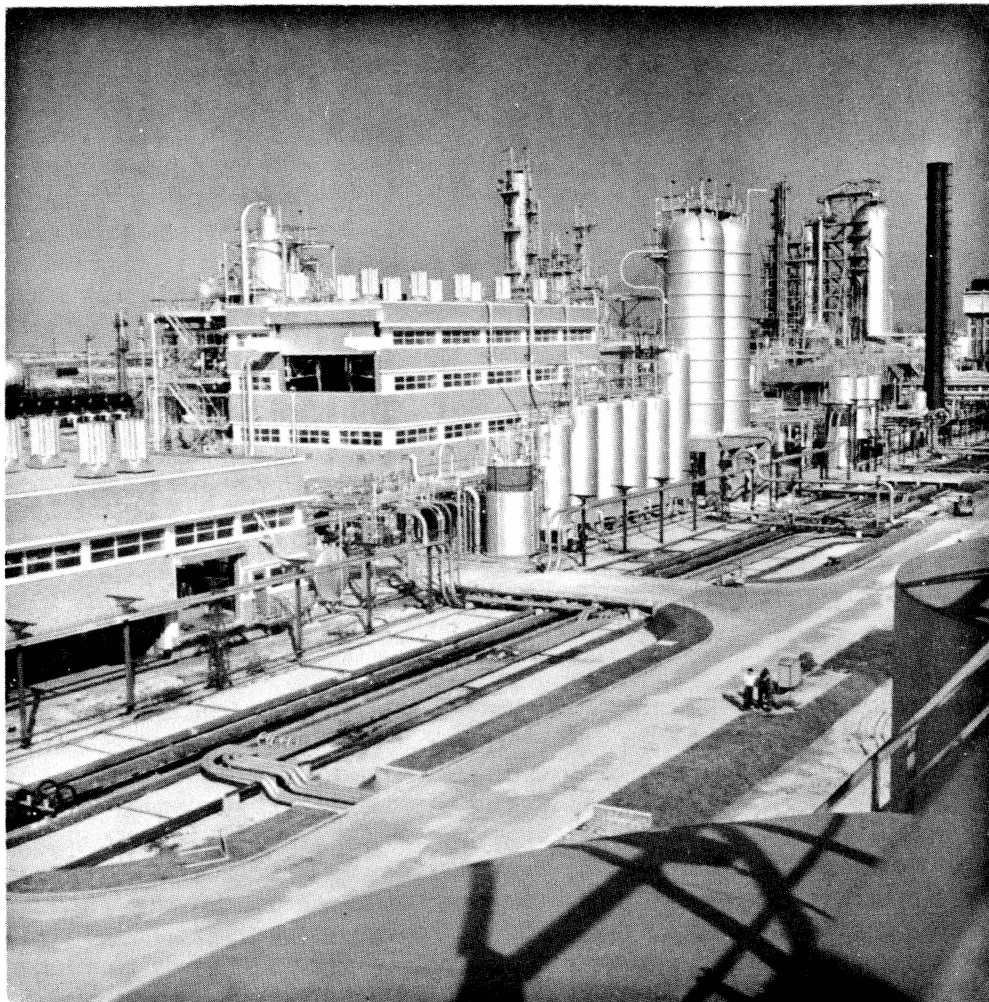
Certains raffineurs ont pris comme slogan publicitaire pour leurs lubrifiants destinés à l'automobile : cette huile est 5 fois raffinée.

On constate en effet que la préparation des huiles lubrifiantes à haut indice de viscosité, pour l'automobile et l'aviation, à partir d'un résidu de distillation atmosphérique, nécessite 5 opérations principales. Ce sont :

1. - La distillation fractionnée sous vide du résidu atmosphérique qui sélectionne les coupes d'hydrocarbures aux viscosités convenables pour les divers emplois des huiles. Cette distillation, que nous avons décrite à la fin du chapitre V, donne d'abord en tête de colonne une coupe de gas-oil lourd. On recueille d'autre part, en prélèvements latéraux, 3 ou 4 coupes de distillats dont la viscosité s'étage depuis celle des huiles à broches très fluides jusqu'à celle des huiles moteur de viscosité moyenne. Le fond de colonne, résidu de la distillation sous vide, est une huile noire épaisse qui sera la matière première des huiles lubrifiantes très visqueuses appelées "bright stocks". Ces dernières sont utilisées pour l'épaississement des huiles moteur les plus visqueuses et pour la lubrification des cylindres de machines et locomotives à vapeur. Le résidu de distillation sous vide est aussi une matière première que l'on emploie en grande quantité pour la préparation des bitumes, comme nous le verrons au chapitre XVII.

2. - L'extraction de l'asphalte du résidu sous vide par le propane. Cette opération, que nous étudions dans le chapitre XIII, fournit un brai asphaltique précipité par le propane et une huile claire très épaisse, mais bien désasphaltée dissoute dans ce même solvant.

Le brai pourra être utilisé en mélange avec le résidu sous vide pour la préparation de certains bitumes routiers ou industriels. Il est également susceptible de quelques autres emplois. Quant à l'huile



ENSEMBLE DU TRAITEMENT DES LUBRIFIANTS.

*De droite à gauche : distillation sous vide ; extraction furtural ; silos à terre ;
déparaffinage M.E.C. ; centrale frigorifique .*

désasphaltée , elle est désormais justiciable exactement des mêmes traitements d'amélioration que les distillats d'huiles lubrifiantes que nous avons sortis en prélèvements latéraux de la colonne de notre distillation sous vide et que nous indiquons ci-après.

3. - L'extraction des hydrocarbures aromatiques des coupes lubrifiantes par les solvants sélectifs. Les coupes lubrifiantes dont nous disposons (distillats sous vide et huile désasphaltée) contiennent, en

quantité variable suivant les pétroles bruts, des hydrocarbures dont la viscosité varie beaucoup avec la température. Cela se traduit par un indice de viscosité insuffisant pour l'emploi ultérieur de ces huiles qui auront à lubrifier des moteurs très chauds.

Ces coupes brutes de distillation sont d'autre part très altérables à la chaleur, surtout en présence d'oxygène. Elles noircissent quand on les chauffe à l'air et elles sont susceptibles de laisser précipiter des dépôts charbonneux très préjudiciables au bon écoulement de l'huile dans les canaux de circulation et à la lubrification elle-même.

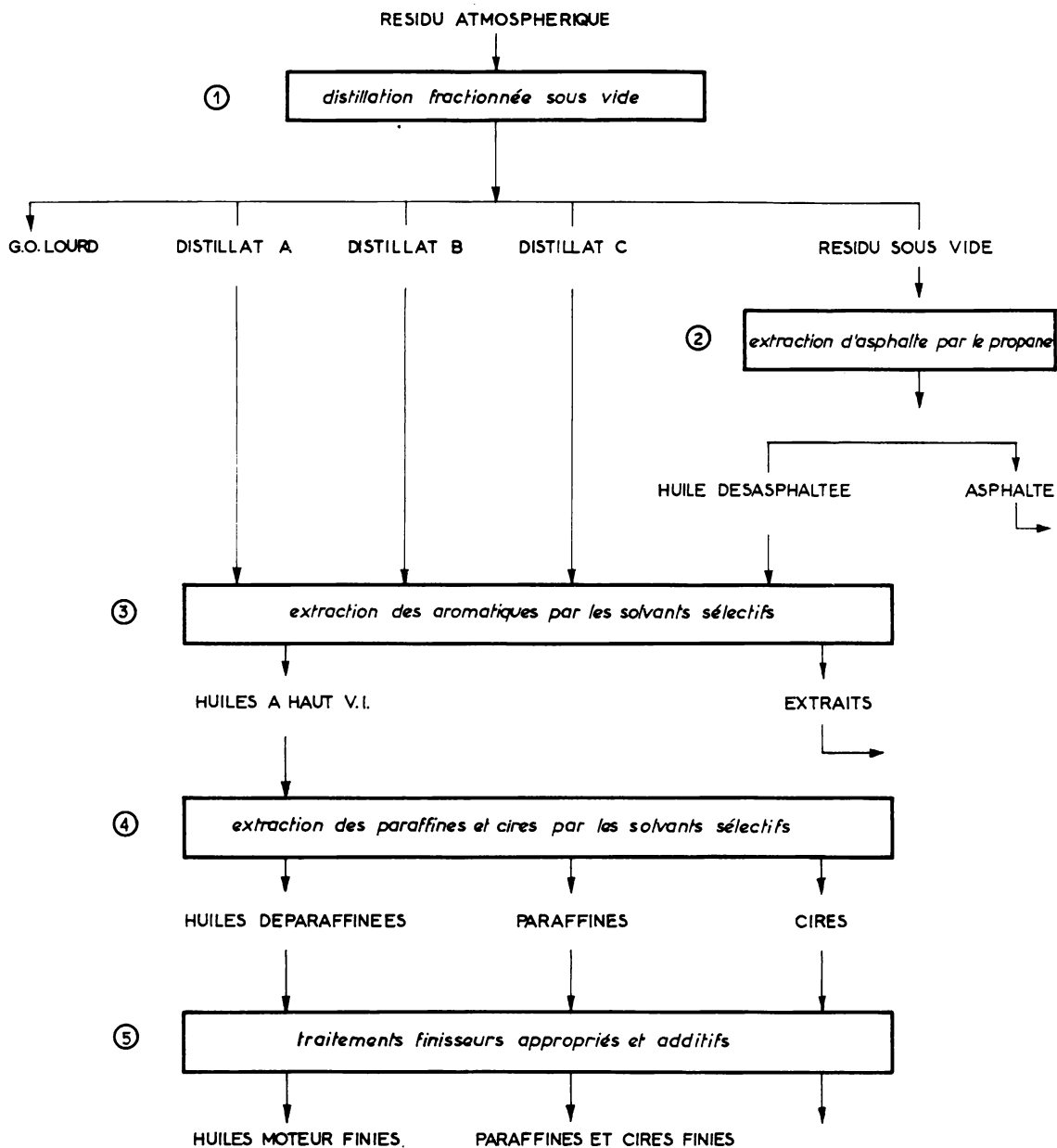
Il se trouve, par chance, que les composés altérables à la chaleur et à mauvais indice de viscosité sont pratiquement les mêmes. Ce sont surtout les hydrocarbures aromatiques, ou plutôt, devrait-on dire, les hydrocarbures à prédominance aromatique, car, ainsi que nous le verrons au chapitre XIV, les hydrocarbures lourds rencontrés au niveau des huiles lubrifiantes sont de compositions fort complexes.

Il a été possible de trouver des solvants sélectifs qui permettent, par l'extraction de ces fractions indésirables, d'élever au voisinage de 100 l'indice de viscosité des huiles lubrifiantes, c'est-à-dire de l'amener pratiquement à celui des meilleures huiles de Pennsylvanie et de donner en même temps à ces lubrifiants une stabilité thermique presque suffisante pour permettre leur emploi au graissage des moteurs d'automobile ou d'aviation.

4. - L'extraction des paraffines et cires des coupes lubrifiantes par les solvants sélectifs. L'extraction précédente a laissé dans nos coupes lubrifiantes des hydrocarbures paraffiniques dont l'indice de viscosité est très élevé et qui sont, en même temps, très stables à la chaleur. Malheureusement, ces hydrocarbures sont solides aux températures ambiantes habituelles à nos contrées. Ils forment dans le mélange que constitue la coupe lubrifiante un réseau cristallin qui enserme dans ses alvéoles les parties liquides de cette coupe, l'empêchant par conséquent de couler et de pouvoir être utilisée dans les circuits de lubrification.

Cette fois encore, on a trouvé des solvants sélectifs qui, à basse température, dissolvent bien les huiles et laissent précipiter les hydrocarbures à haut point de congélation. L'emploi de ces solvants dans l'opération appelée déparaffinage fait l'objet du chapitre XV.

5. - Les traitements finisseurs des huiles lubrifiantes et paraffines. Les huiles et paraffines ayant subi les opérations précédentes n'ont pas, en général, toutes les caractéristiques convenables pour les divers emplois auxquels on les destine. Il sera généralement nécessaire de les clarifier et de les stabiliser en éliminant quelques éléments hétérogènes ou instables qu'elles peuvent encore contenir.



NOTE SUR L'EPURATION DES HUILES LUBRIFIANTES

Cette fois, ce ne sera plus aux solvants sélectifs que l'on fera appel, mais aux terres décolorantes ou à l'hydrogène.

On complètera souvent ces traitements finisseurs, tout au moins en ce qui concerne les huiles moteur, par l'addition de dopes qui, à des doses presque homoépathiques, peuvent améliorer considérablement les caractéristiques d'emploi des lubrifiants.

Le schéma ci-contre résume les indications que nous venons de donner.

HUILES INDUSTRIELLES

Ces huiles sont souvent préparées à partir des bruts naphténiques qui contiennent assez peu de paraffine pour qu'il ne soit pas nécessaire de l'enlever. Il n'est pas utile, d'autre part, que ces huiles aient un indice de viscosité élevé. Leur traitement sera donc très simple et nous en parlerons au chapitre XVI sur les traitements finisseurs.

CHAPITRE XIII

PRÉCIPITATION DE L'ASPHALTE DU RÉSIDU SOUS VIDE PAR LE PROPANE

Le résidu de distillation sous vide des pétroles bruts, c'est-à-dire la partie la plus lourde, la plus réfractaire à la distillation, est justement celle qui contient les fractions lubrifiantes les plus visqueuses et par conséquent de la plus grande valeur.

Pendant quelques décades, les pétroles bruts que l'on utilisait à peu près exclusivement pour la fabrication des huiles lubrifiantes, et notamment des huiles à cylindres et Bright Stocks, étaient ceux de Pennsylvanie. Ces bruts ne contenaient presque pas d'asphalte et leur résidu sous vide pouvait être soumis sans difficulté aux opérations de raffinage à l'acide sulfurique qui étaient les seules que l'on connaissait à cette époque. Il n'y a plus beaucoup de bruts de Pennsylvanie et les pétroles bruts d'autres origines qui conviennent à la fabrication des lubrifiants ont le plus souvent des résidus fort chargés en asphalte. Or, les huiles lubrifiantes ne doivent pas contenir d'asphalte, même à l'état de traces.

Ancienne méthode de désasphaltage

Le meilleur procédé que l'on connaissait avant 1935 pour éliminer l'asphalte était la distillation fractionnée sous vide, qui séparait comme distillats tous les lubrifiants et laissait comme résidu de l'opération un produit asphaltique très lourd. On opérait sous un vide aussi élevé que possible, tout en aidant la distillation avec une injection massive de vapeur surchauffée.

Malgré le haut vide et la vapeur d'injection, il était généralement nécessaire de porter la température de distillation au-delà de 400°C pour distiller les fractions les plus visqueuses et obtenir finalement un résidu asphaltique sec (R et B 80°C). Cette température, relativement élevée, n'était pas sans provoquer un léger cracking du distillat visqueux dont l'épuration s'avérait par la suite assez difficile.

Méthode au propane

On a donc cherché à remplacer la distillation par un procédé moins destructeur des lourdes molécules de lubrifiants et une méthode satisfaisante a été mise au point aux environs de 1935. C'est le désasphaltage au propane.

Voyons d'abord la nature des asphaltes. Les asphaltes contenus dans les résidus de pétrole contiennent, d'après Marcusson, surtout des asphaltènes et des résines neutres. Nous ne parlerons pas des autres constituants aux noms compliqués, qui ne feraient que rendre l'exposé plus difficile. Ils ont d'ailleurs peu d'importance ici.

Les asphaltènes sont insolubles dans l'éther de pétrole. Ils sont dispersés à l'état colloïdal dans l'huile.

Les résines neutres sont solubles dans l'éther de pétrole, mais insolubles dans les alcalis et acides. Elles sont en vraie solution dans l'huile.

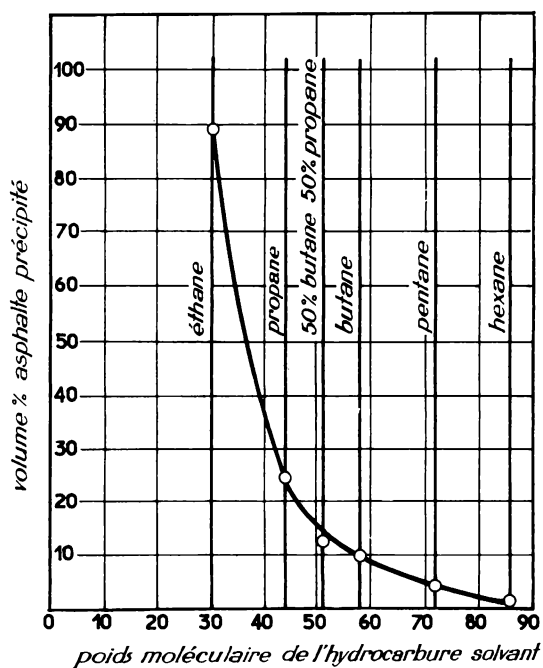


Fig. 1.

Les gaz liquéfiés d'hydrocarbures légers et même les premiers hydrocarbures saturés de la série, liquides aux températures et pressions ambiantes, précipitent tous plus ou moins l'asphalte des résidus de distillation. Mais ils le font de manières très diverses, comme le montre le graphique de la figure 1, qui représente la relation entre le poids moléculaire de l'hydrocarbure solvant employé et le pourcentage d'asphalte précipité à partir du résidu de Poso Creek (10 volumes de solvant à 27 °C).

L'éthane précipite non seulement l'asphalte, mais aussi une bonne partie des huiles qui l'accompagnent. L'hexane, le pentane et le butane

DESASPHALTAGE AU PROPANE

n'en précipitent au contraire pas assez et ils retiennent en dissolution une plus ou moins grande partie des résines neutres qui n'ont pas leur place dans les huiles lubrifiantes.

Les essais effectués sur des résidus de bruts du Proche-Orient font ressortir des résultats tout à fait semblables et l'on trouve aussi que le propane précipite bien sélectivement les matières asphaltiques et résineuses telles qu'on peut les trouver dans le résidu sec dont nous parlions tout à l'heure.

On constate même que la présence de bonnes proportions de propylène dans le propane ne modifie pas sensiblement la précipitation d'asphalte. Par contre, les hydrocarbures plus lourds (butane, pentane) sont déjà un peu solvants des matières résineuses et laissent précipiter un asphalte dur que l'on a des difficultés à extraire de la tour. En outre, les huiles désasphaltées sont instables par suite de leur trop grande teneur en résines.

Le propane a également une propriété intéressante pour le désasphaltage. Il dissout mieux, en effet, aux températures moyennes (40° - 50°) les hydrocarbures paraffiniques que ceux des autres séries, de sorte que l'on constate que le point de coupe entre les huiles dissoutes et la matière asphaltique précipitée est d'autant plus proche de la fin du résidu que le degré de paraffinicité de l'huile est plus grand.

Influence des conditions opératoires

Nous allons voir comment varie la précipitation des matières asphaltiques par le propane quand on change les conditions d'emploi dont les principales variables sont :

1. - Proportion propane-résidu sous vide (Dilution)

Une augmentation de la proportion de propane par rapport au résidu accroît le rendement en huile désasphaltée. Au fur et à mesure de l'augmentation de cette proportion de propane, et par conséquent du rendement, le poids moléculaire, la densité et la viscosité de l'huile augmentent, ainsi que son carbone Conradson. L'indice de viscosité de l'huile diminue légèrement.

On peut concevoir qu'au-dessus d'une proportion donnée propane-résidu le propane dissolve de plus en plus d'huiles non paraffiniques.

DESASPHALTAGE AU PROPANE

Simultanément l'asphalte précipité voit son point de fusion augmenter avec la proportion propane-résidu.

Les courbes ci-dessous (1) portent en abscisses la proportion propane-résidu et en ordonnées le rendement en huile (fig. 2) et le point de fusion de l'asphalte précipité (fig. 3).

On voit qu'à une température quelconque d'opération le rendement en huile augmente bien avec la dilution et qu'il en est de même du point de fusion de l'asphalte.

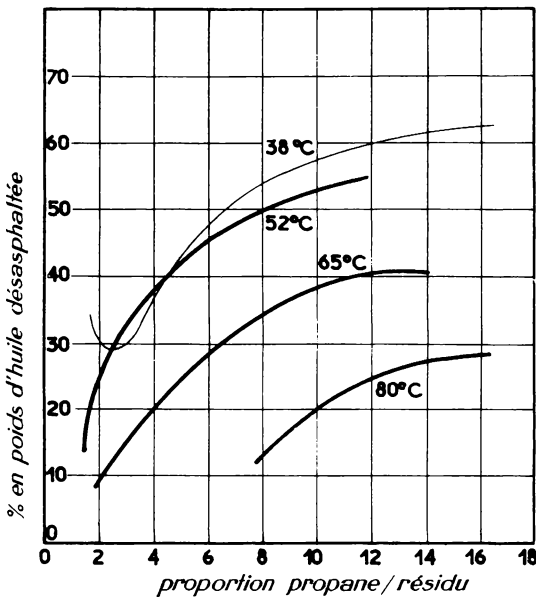


Fig. 2.

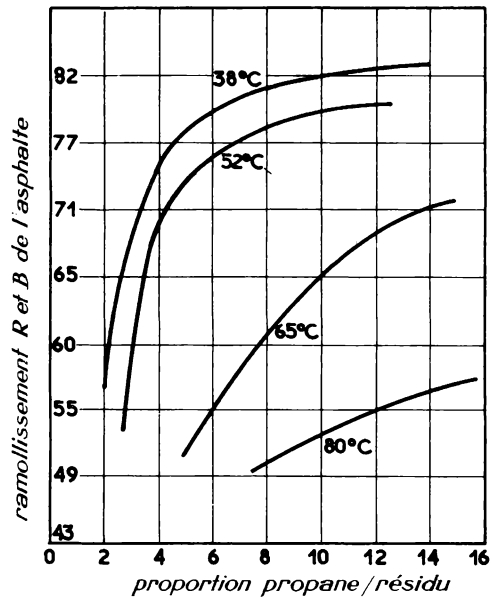


Fig. 3.

2. - Température d'extraction

Le comportement du propane au-dessus de 40°C environ est inverse de celui des solvants usuels tels que le furfurool, le phénol, etc. qui ont un pouvoir solvant pour les huiles qui croît avec la température d'opération.

Avec le propane au-dessus de 40°C, le pouvoir solvant pour l'huile

DESASPHALTAGE AU PROPANE

diminue au fur et à mesure que la température augmente. Cela tient à ce que le propane en se rapprochant de sa température critique 100°C, retrouve progressivement ses propriétés de gaz. Sa tension superficielle diminue ainsi que son pouvoir solvant.

On observera donc qu'au fur et à mesure qu'on élève la température la proportion d'asphalte précipité augmente tandis que celle d'huile désasphaltée diminue. L'asphalte est de plus en plus mou car il est de plus en plus dilué par les fractions d'huile qui se montrent insolubles dans le propane à la température de l'opération.

Ces résultats sont exprimés sur les graphiques des figures 2 et 3 où l'on voit que le pourcentage d'huile désasphaltée obtenue est d'autant plus faible que la température de mélange est plus haute et que le point de fusion R et B de l'asphalte précipité est d'autant plus bas que la température est plus élevée.

On voit donc que si nous voulons obtenir le meilleur rendement possible en huile désasphaltée, il nous faut employer une grande proportion de propane par rapport à la matière première et que nous ne devons pas opérer à trop haute température.

Nous verrons tout à l'heure, en décrivant l'opération industrielle, qu'on peut économiser les frais d'usage et de redistillation d'une partie de propane en le faisant circuler quelque peu en contre-courant avec la matière première et en observant un gradient de température qui provoque un véritable reflux des fractions lourdes de l'huile désasphaltée.

On trouvera dans le tableau I une liste des caractéristiques principales d'une matière première qui est le résidu sous vide d'un brut du Proche-Orient et des 2 produits résultant de l'opération de désasphaltage au propane. Les conditions principales de fonctionnement de l'installation de désasphaltage étaient les suivantes :

Température fond de tour	43 °C
Température haut de tour	74 °C
Pression (hpz)	35
Proportion solvant /résidu avant tour	0,8/1
Proportion solvant /résidu dans tour	7/1

DESASPHALTAGE AU PROPANE

TABLEAU I

	Résidu d'alimentation	Huile désasphaltée	Asphalte
% de l'alimentation	100	29,80	70,20
Masse vol. à 15°C	1 020	930	
Inflammabilité Luchaire	290	279	
Viscosité Engler à 100°C	155	4,75	
Indice de viscosité après déparaffinage à -12°C		78	
Point de congélation		+51	
Couleur N. P. A.		5,4	
Ramsbottom %		1,10	
Soufre total	5	2,90	5,78
Pénétration 25°C	250 à 300		14
Ramollissement R et B	37		61

DESCRIPTION DE L'UNITE INDUSTRIELLE

1) Circuit de désasphaltage (voir schéma à la fin du chapitre)

La matière première arrive des réservoirs de stockage de la raffinerie à l'aspiration de la pompe GA-1 à une température de 121°C, qui la refoule à travers le contrôleur de débit FRCp-1, dans la calandre du réfrigérant tubulaire EA-1 où la température est réduite à 71°C, puis à travers la calandre d'un deuxième réfrigérant tubulaire EA-8 où la température est réduite à 54°C.

A la sortie du réfrigérant EA-1, et avant d'entrer dans le réfrigérant EA-8, il est possible d'injecter du propane liquide à 50°C dans le produit pour régler sa viscosité avant son passage dans le réfrigérateur EA-8. La matière première entre donc dans la tour d'extraction à la température de 54°C à l'un des deux endroits prévus. L'arrivée supérieure amène l'huile au 8^e plateau de distribution (n° 8) situé à environ un tiers de la hauteur de la tour à partir du haut. L'arrivée inférieure se fait au 12^e plateau de distribution situé à mi-hauteur environ de la tour. Le choix de l'arrivée d'huile dépend généralement

DESASPHALTAGE AU PROPANE

de la teneur en asphalte de la matière première. Si la teneur en asphalte est élevée et exige un plus long temps de contact, c'est l'entrée supérieure qui sera vraisemblablement employée. Par contre, s'il y a entraînement d'asphalte en tête de tour, il sera nécessaire d'utiliser l'entrée inférieure.

En arrivant dans la tour, la matière première est répartie par les rampes de distribution afin d'assurer une bonne répartition de l'huile dans toute la section de la tour, permettant ainsi un contact intime avec le courant ascendant de propane.

L'huile contenant l'asphalte, les résines et d'autres corps nuisibles, en descendant dans la tour, entre en contact avec le courant ascendant de propane liquide qui entre à la partie inférieure de la tour en un point situé au-dessous de la chicane du fond. Comme le propane froid rencontre l'huile qui chemine dans la tour, le courant ascendant de propane va dissoudre de plus en plus de corps nuisibles. C'est seulement à la partie inférieure de la tour que l'asphalte contenu dans l'huile demeure non dissous dans le propane.

Cet asphalte continue à descendre au fond de la tour et la quitte sous le contrôle du régulateur de débit FRCp-2 et du régulateur de niveau LRC-1 pour aller à la récupération de solvant de la phase asphalte. Nous verrons cette opération plus loin.

La solution de propane continue à cheminer dans la tour vers le haut; elle est réchauffée par la vapeur d'eau circulant dans un système de quatre serpents installés dans la tour.

Puisque la solution de propane est réchauffée, les produits relativement insolubles sont éliminés de la solution. Ces produits forment une phase secondaire contenant des résines dont les propriétés sont intermédiaires entre celles de l'asphalte et celles de l'huile. Ces résines descendent et rencontrent le courant de propane ascendant contenant l'huile dissoute. Elles vont progressivement se redissoudre dans la solution de propane. Cette action répétée de dissolution et de précipitation crée le reflux dans cette partie de la tour.

A l'endroit où la matière première entre dans la tour, les résines qui ne sont pas encore dissoutes sont entraînées par le courant descendant d'asphalte et seront donc lavées au fur et à mesure que ce courant progresse vers le fond de la tour.

La matière première débarrassée de son asphalte chemine vers

DESASPHALTAGE AU PROPANE

le haut de la tour et la quitte sous le contrôle du régulateur de pression PRCp-3 pour aller à la récupération de solvant de la phase huile, opération qui sera examinée plus loin.

Les réchauffeurs à vapeur, que nous avons vus plus haut, sont destinés à maintenir un gradient de température entre le point d'alimentation et la tête de la tour. La température de calcul de la tête de la tour dans cette unité est de 74°C . La pression de la vapeur de chauffe est 13 kg/cm^2 et sa température 290°C .

Pour une matière première donnée, les résultats obtenus dans la tour d'extraction dépendent de deux variables fondamentales. Ces variables sont les taux de propane et la température.

Taux de propane

Pour des températures de fonctionnement données de la tour, un accroissement du débit de propane par rapport à la matière première aura tendance à augmenter la production de l'huile désasphaltée et sa viscosité. Cependant, ceci peut être compensé par l'augmentation de la température en tête de tour, et, d'une façon générale, une augmentation du débit de propane, accompagnée d'une augmentation parallèle de la température de tête de tour, se traduira par une amélioration de la sélectivité et une production d'huile de meilleure qualité.

Dans la tour de désasphaltage travaillant à contre-courant, la variation du débit de propane se répercute sur la capacité; il est possible d'avoir une bonne marche à des débits d'alimentation fraîche plus importants avec des pourcentages de solvant plus élevés. Des pourcentages de solvant plus élevés ont pour conséquence, en effet, de diminuer la viscosité de la solution et d'augmenter la différence de densité entre les phases supérieures et inférieures. Ces deux changements permettent de compenser largement les effets dus à la vitesse ascendante plus grande pour des pourcentages de propane plus grands.

Une autre conséquence du débit de propane est celle que l'on désigne sous le terme général de sélectivité. Des pourcentages de propane plus grands permettent ordinairement une meilleure sélectivité compte tenu des caractéristiques des produits passant dans les phases supérieures et inférieures; ceci se traduit par une amélioration de la qualité pour un rendement donné en huile désasphaltée. En restant dans les limites pratiques de marche, plus le débit de propane est élevé, meilleure est la sélectivité.

Température

Les conditions de marche prévues pour la tour d'extraction sont 74 °C en tête et 43 °C au fond.

La température en tête de tour est la plus importante parce que c'est elle qui contrôle, en liaison avec le débit de propane, la qualité et la quantité de l'huile désasphaltée obtenue. Si les autres conditions restent constantes, tout accroissement de la température de tête de tour diminuera la quantité et la viscosité de l'huile désasphaltée alors que tout abaissement de cette température augmentera la quantité et la viscosité de l'huile désasphaltée.

De faibles changements de la température de fond de tour n'affecteront que légèrement les résultats d'ensemble. Une augmentation de la température du fond aura tendance à augmenter la quantité d'asphalte alors qu'un abaissement de cette température aura tendance à diminuer la quantité d'asphalte. On peut dire que le résultat du gradient de température entre le fond et la tête de la tour est le suivant : la température de tête influe sur la qualité de l'huile désasphaltée, alors que la température de fond influe sur la nature de l'asphalte.

En effet, la matière première est soumise aux deux températures de marche en tête et au fond de la tour et se sépare exactement en huile désasphaltée et en asphalte.

Une température de tête élevée a tendance à obliger l'huile à retourner dans le fond de la tour, alors qu'une faible température du fond et le courant ascendant de propane ont tendance à forcer l'huile à monter en tête de la tour. Il y a donc effectivement un reflux dans la tour qui entraîne une séparation nette des deux produits extrêmes, c'est-à-dire l'asphalte et l'huile désasphaltée.

Il y a une analogie entre la marche à contre-courant de la tour de désasphaltage et le fonctionnement d'une tour de fractionnement dans une installation de distillation. Le raisonnement ci-dessous permettra mieux de se rendre compte de la façon dont on peut se figurer le fonctionnement d'une tour de désasphaltage. La zone comprise entre le point d'entrée de l'alimentation fraîche et le sommet de la tour peut être comparée à une zone de rectification et la zone au-dessous du point d'alimentation à une zone de réglage ou d'épuisement. Le contrôle de la température est assuré en tête et au fond de la tour pour régler les caractéristiques des produits sortant aux deux extrémités. L'injection de propane au fond de la tour constitue l'agent de réglage.

DESASPHALTAHE AU PROPANE

A l'endroit où la matière première entre dans la tour, une certaine quantité entre en dissolution et l'autre partie est précipitée comme phase inférieure. Entre ce point d'entrée et le fond de la tour on diminue la température, pour augmenter la solubilité et permettre à la quantité d'huile entraînée de se dissoudre, et de grimper dans la tour avec le courant ascendant de propane.

Au-dessus du point d'alimentation, on augmente au contraire la température pour diminuer la solubilité afin de précipiter les produits indésirables qui auraient pu initialement entrer en solution au point d'alimentation. La tour toute entière est donc soumise à un véritable reflux. Le produit montant dans la tour depuis le point d'entrée s'améliore en qualité et le produit descendant depuis le point d'entrée s'appauvrit en huile de qualité afin d'éviter la perte d'huile dans l'asphalte.

Pour un débit déterminé d'alimentation fraîche et pour un taux fixé de propane, le reflux va dépendre du gradient de température imposé. Si on augmente le taux de propane, on peut augmenter le gradient de température; on augmente ainsi le reflux et le rendement global se trouve amélioré de telle sorte qu'on obtient une plus grande production de produits de qualité.

La pression dans la tour, les autres conditions étant constantes, a une influence sur la quantité de matières recueillies en tête et au fond de la tour. Cette unité n'a pas été prévue pour utiliser la pression dans la tour comme moyen de réglage. La tour a été prévue pour fonctionner en tout temps à une pression de 2,150 kg/cm², supérieure à la tension de vapeur du propane pur, aux températures de tête et de fond. Le résultat de cette surpression par rapport à la tension de vapeur de la solution est d'accroître la solubilité de l'huile dans le propane.

Le débit de l'alimentation fraîche à la tour peut également être considéré comme une variable étant donné que les débits trop grands ou trop petits auront une influence sur les caractéristiques des produits. Une marche efficace de la tour réclame une décantation et un courant descendant de la phase inférieure (asphalte) à travers le courant ascendant de la phase huile.

Si le débit d'alimentation fraîche de la tour est trop grand, le produit du courant descendant n'aura pas le temps de décanter convenablement; la décantation se fera en certains endroits, en d'autres

DESASPHALTAGE AU PROPANE

non et le produit se trouvera peut-être éventuellement entraîné à la partie supérieure avec l'huile désasphaltée. Dans ce cas, même si les conditions pour assurer une bonne séparation existent, la séparation des deux phases ne se fera pas d'une manière efficace et il en résultera des produits de tête de qualité inférieure.

La marche efficace de la tour exige un mélange approprié et intime des deux courants ascendant et descendant. Avec des débits d'alimentation fraîche anormalement faibles, la vitesse des courants ascendant et descendant peut être réduite au point de donner un mélange pauvre.

Sans un bon mélange, on ne peut atteindre l'équilibre et on aura un mauvais fractionnement et, vraisemblablement, une faible production d'huile désasphaltée de qualité inférieure.

Les capacités limites supérieure et inférieure de cette tour pour réaliser les conditions de marche les plus efficaces ne peuvent être établies qu'expérimentalement.

2) Récupération du solvant dans la phase asphalte

Le produit du fond de la tour d'extraction est composé de 68 % environ d'asphalte et 32 % de propane. Ce produit quitte le fond de la tour d'extraction DA-1 sous le contrôle du régulateur de débit FRCp-2, LRC-1 à une température de 43 °C et passe au four BA-1 où la température du mélange est portée aux environs de 260 °C. De là, le mélange asphalte est dirigé vers l'évaporateur FA-2. Cet appareil fonctionne à une pression de 19,7 kg/cm² (au manomètre). Tout le propane, sauf une très faible quantité (environ 1,1 % en poids), dissous auparavant dans l'asphalte, est éliminé sous forme de gaz à 260 °C et passe par la ligne de gaz de l'évaporateur au séparateur FG-1, traverse le réfrigérant de propane EA-9 pour descendre sous forme liquide dans l'accumulateur de propane FA-1. Cet accumulateur est à la pression de 18,3 kg/cm² (au manomètre) et à une température de 50 °C.

L'asphalte liquide à 260 °C, contenant encore une faible quantité de propane (environ 1,1 % en poids), est transvasé du fond de l'évaporateur FA-2, par pression, sous le contrôle du régulateur de niveau LIFC-4, au stripper DA-3. L'asphalte arrive sur le plateau de tête du stripper, qui fonctionne pratiquement à la pression atmosphérique (0,070 kg/cm² au manomètre). Le stripper comporte 6 plateaux. Le but de cet appareil est d'éliminer la faible partie de propane restée

DESASPHALTAGE AU PROPANE

dans l'asphalte ; ceci est réalisé par injection de vapeur surchauffée à 13 kg/cm^2 (au manomètre) au-dessous du plateau inférieur du stripper. De cette façon le reste de propane dissous dans l'asphalte est éliminé. L'asphalte débarrassé de son propane est alors soutiré du fond du stripper par la pompe GA-4, sous contrôle du régulateur de niveau LIFC-5 aux environs de 249°C , traverse le réfrigérant EB-1, en sort aux environs de 157°C pour aller soit aux réservoirs de stockage, soit à l'installation de bitumes. On peut saucer l'asphalte allant aux réservoirs de stockage avec du gas-oil à la sortie du réfrigérant EB-1. Les vapeurs d'eau et de propane provenant du stripper DA-3 vont au condenseur par mélange DA-4 via la tuyauterie sortie de gaz du stripper. Avant de pénétrer dans ce condenseur, les gaz sont mélangés avec les vapeurs d'eau et de propane provenant du stripper d'huile désasphaltée DA-2. Ce mélange pénètre dans le condenseur à la température de 202°C .

Le but de ce condenseur à trois plateaux est de condenser la vapeur d'eau du mélange vapeurs, propane et eau. Le propane sec (sans eau) passe de la zone inférieure du stripper à la zone supérieure qui sert de ballon séparateur avant l'aspiration du compresseur de propane GB-1. L'eau condensée est soutirée du fond du condenseur par mélange sous le contrôle du régulateur de niveau LC-6 et va aux égouts.

Le propane sec et gazeux quitte le haut du condenseur par mélange, pour aller à l'aspiration du compresseur GB-1. Le compresseur comprime le propane pour le porter à la pression de l'accumulateur FA-1 ($18,3 \text{ kg/cm}^2$ au manomètre), après quoi le gaz est condensé et refroidi de 82°C à 50°C dans le condenseur EA-6, pour descendre ensuite dans l'accumulateur FA-1. Le propane est prêt pour retourner à la tour DA-1 et fermer le cycle.

3) Récupération de solvant dans la phase huile

La solution d'huile désasphaltée et de propane appelée ordinairement mélange huile désasphaltée, quitte le sommet de la tour DA-1 aux environs de 74°C , sous le contrôle du régulateur qui réduit la pression de 35 kg/cm^2 à $20,7 \text{ kg/cm}^2$ environ. Après cette baisse de pression, le mélange huile désasphaltée passe au premier évaporateur EA-3. Cet appareil est du type chaudière ; le mélange huile désasphaltée circule dans la calandre où il s'échauffe par échange de calories avec le gas-oil provenant du circuit d'huile chaude et qui passe dans

DESASPHALTAGE AU PROPANE

le faisceau tubulaire. 75 % environ du propane contenu dans le mélange d'huile désasphaltée se vaporise. Ce mélange descend ensuite dans la calandre du 2^e évaporateur EA-4, également du type chaudière. Le produit s'échauffe et la température est portée jusqu'à 177°C, par échange de calories avec le gas-oil provenant du circuit d'huile chaude. Le mélange huile désasphaltée quitte l'évaporateur EA-4 à 177°C, sous le contrôle du régulateur de niveau LC-2 pour aller au stripper DA-2. Les deux évaporateurs sont calculés pour éliminer la presque totalité du propane contenu dans le mélange huile désasphaltée quittant la tête de la tour d'extraction DA-1. Le propane, sous forme de gaz, quitte les évaporateurs à 70°C, traverse le séparateur FG-2 où le condensat est extrait et retourne à l'évaporateur EA-4 pour revaporisation.

Le gaz propane va au condenseur à propane EA-6 où il se condense et descend à 50°C dans l'accumulateur FA-1. Dans le condenseur EA-6 se fait également la liquéfaction du propane gazeux refoulé par le compresseur GB-1. C'est pourquoi la tuyauterie de refoulement du compresseur GB-1 rejoint la tuyauterie de gaz de l'évaporateur avant son entrée au condenseur.

Le stripper DA-2 pour l'huile désasphaltée est une tour de 500 mm de diamètre et 5200 mm de haut, équipée de 6 plateaux, prévue dans le but d'éliminer le propane de l'huile par injection de vapeur d'eau à 13 kg/cm² qui se fait au-dessous du dernier plateau du stripper.

L'huile désasphaltée, sans propane, à 163°C, quitte le fond du stripper, va à l'aspiration de la pompe GA-3 qui la refoule aux réservoirs de stockage de la raffinerie, après avoir traversé le réfrigérant EA-5 et le contrôleur de niveau LC-3. La température de l'huile à la sortie du réfrigérant EA-5 est de 74°C.

Le mélange propane et vapeur d'eau quitte le haut du stripper DA-2 pour aller au condenseur par mélange DA-4, que nous avons déjà vu plus haut, et, avant d'entrer au condenseur, il est associé avec un produit identique sortant du stripper d'asphalte DA-3.

4) Circuit propane

Le propane arrive à l'unité au moyen de la pompe GA-5 ; il provient des réservoirs de stockage de la raffinerie se trouvant à l'extérieur des limites de batterie. Le niveau normal de liquide dans l'accumulateur FA-1 est à la moitié de celui-ci et est visible dans le

DESASPHALTAGE AU PROPANE

niveau à glace RGG-6, du type à réflexion, placé sur le côté de l'accumulateur.

Il y a dans l'accumulateur FA-1 une cloison verticale située au quart environ de la longueur du réservoir partant du fond. On remarquera que le propane condensé, provenant de l'évaporateur FA-2 (asphalte), vient d'un côté de la cloison et que celui provenant des évaporateurs EA-3, EA-4 (huile), ainsi que du refoulement du compresseur, vient de l'autre côté de la cloison. Donc, le propane condensé venant de l'évaporateur asphalte est isolé et, au cas où il y aurait entraînement possible d'asphalte avec les vapeurs de propane, l'asphalte n'irait pas dans la pompe GA-2 et ses tuyauteries.

Si, par inadvertance, de l'asphalte était entraîné dans l'accumulateur FA-1, il pourrait être rapidement éliminé en le soutirant sous pression au fond du bac et en le renvoyant au plateau supérieur du stripper asphalte grâce à la différence de pression entre le bac (18,5 kg/cm² au manomètre) et le stripper asphalte (0,070 kg/cm² au manomètre).

Un condenseur EA-7 est placé sur l'évent de l'accumulateur FA-1 pour condenser le propane qui pourrait s'échapper du bac FA-1 avec les gaz non condensables qui vont au circuit de gaz combustible de la raffinerie. La température de condensation est obtenue en injectant du propane liquide dans les tubes du faisceau. Le propane gazeux quitte le haut des strippers DA-2 et DA-3 et va au condenseur par mélange DA-4 puis retourne au circuit propane par le compresseur GB-1.

Le propane liquide est envoyé dans la tour d'extraction DA-1 par la pompe GA-2, qui aspire dans l'accumulateur FA-1 à 18,3 kg/cm² et refoule à une pression de 38,7 kg/cm² et une température de 52 °C dans la calandre de réfrigérant EA-2 où la température est abaissée de 50 °C à 41 °C. Le propane refroidi, sous le contrôle du régulateur de débit FRCp-3, rentre dans la zone inférieure de la tour d'extraction DA-1.

Avant d'entrer dans le réfrigérant EA-2, une partie du propane liquide est détournée (si nécessaire), sous la régulation à main de HC-1, vers le circuit d'alimentation en huile fraîche de la tour DA-1. Ce propane est destiné à régler la viscosité de l'huile à traiter avant son passage dans la calandre du réfrigérant EA-8.

La récupération du propane, de l'asphalte et du mélange huile désasphaltée a déjà été expliquée, nous n'y reviendrons donc pas.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) BRAY - Refining by liquid propane - Science of Petroleum,
Vol. III, page 1966.
-

CHAPITRE XIV

EXTRACTION DES HYDROCARBURES AROMATIQUES DES COUPES LUBRIFIANTES PAR LES SOLVANTS SÉLECTIFS

Intérêt de l'emploi des solvants pour l'extraction des huiles lubrifiantes

Il n'y a pas très longtemps qu'on emploie les solvants sélectifs pour obtenir de bonnes huiles lubrifiantes. Avant 1935, il était de règle que les distillats lourds déparaffinés soient traités à l'acide sulfurique concentré et à la terre décolorante avant de devenir des huiles pour la lubrification des moteurs ou des mouvements dans l'industrie.

Les traitements par solvants, qu'on met en œuvre aujourd'hui, présentent de très sérieux avantages sur le procédé à l'acide :

- Les solvants sélectifs séparent en effet les huiles en 2 fractions : l'une représentant le lubrifiant proprement dit (raffinat) ; l'autre, de moins bonne qualité (extrait), dont les usages moins nobles peuvent être cependant très divers (plastification du caoutchouc, lubrifications simples). On utilise souvent aussi les extraits pour la fabrication des bitumes et des fuel-oils.

En général, le raffinat est la partie insoluble, tandis que l'extrait est entièrement dissous dans le solvant.

La somme des poids du raffinat et de l'extrait correspond à celui de la matière première, et le solvant employé est entièrement récupéré, aux pertes de manipulation près. Il en était tout autrement avec l'acide sulfurique. Ce dernier se combinait à une partie de la matière première pour former des goudrons acides qui entraînaient ainsi 10 à 20 % de celle-ci sous une forme non seulement inutilisable, mais dont il était très difficile de se débarrasser par enfouissement ou par brûlage. Le problème des goudrons acides, qui existe toujours un peu pour les raffineurs, est de plus en plus difficile à résoudre.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

- Les solvants permettent de préparer des huiles lubrifiantes qui conservent, beaucoup mieux qu'autrefois, leur viscosité aux températures d'emploi dans les cylindres de moteurs à explosion ou de moteurs Diesel. Autrement dit, il existe des solvants qui permettent d'extraire des huiles lubrifiantes les hydrocarbures qui ont un mauvais indice de viscosité et de laisser par conséquent un raffinat à haut indice de viscosité. Le traitement à l'acide sulfurique était incapable de modifier cette propriété des huiles.

Le traitement par solvants a permis de fabriquer par exemple des huiles lubrifiantes pour les moteurs d'avion à partir de certains pétroles bruts. Pendant très longtemps, on ne pouvait même pas, faute d'une technique appropriée, fabriquer des huiles aviation à partir des produits du pétrole. Tous les avions de la guerre 1914-1918 étaient lubrifiés à l'huile de ricin.

On réussit vers 1925 à préparer des huiles aviation par une application soigneuse des vieilles méthodes à l'acide sur des distillats de certains pétroles bruts qu'on ne trouvait guère qu'en Pennsylvanie. C'est ainsi que Lindbergh traversa l'Atlantique sur un avion dont le moteur était lubrifié à l'huile minérale.

L'analyse des huiles de Pennsylvanie, qui conservaient si bien leur viscosité à haute température, montrait qu'elles contenaient beaucoup d'hydrocarbures à chaînes latérales paraffiniques associées à des noyaux naphténiques, tandis que celles provenant de l'immense majorité des huiles des autres bruts, contenaient en proportions très notables des hydrocarbures naphténiques et aromatiques. La détermination de l'indice de viscosité des différentes classes d'hydrocarbures montre que les composés aromatiques étaient de beaucoup les moins bons à ce point de vue.

- Il se trouve que ces aromatiques sont également ceux qui s'altèrent le plus en donnant des dépôts solides, sous l'action de l'oxygène de l'air, aux températures d'emploi dans le moteur.

Le travail des laboratoires de recherches était donc bien fixé. Il s'agissait de trouver un solvant qui aurait une affinité particulière pour les hydrocarbures aromatiques à la température de traitement et laisserait inaltérés les paraffiniques et les naphténiques.

On en trouva une bonne vingtaine, qui furent tous plus ou moins essayés industriellement au cours des années 1930 et suivantes. Finalement, l'industrie du raffinage en a surtout conservé 4 qui sont :

EXTRACTION DES AROMATIQUES

le phénol, le furfural, le mélange propane-crésol (duosol) et l'anhydride sulfureux.

W. L. Nelson indique qu'en 1955 le pourcentage d'emploi de chacun de ces solvants aux U.S.A. était le suivant : phénol : 36,9, furfural : 27,7, duosol : 21,3, anhydride sulfureux : 5,8, autres : 8,3. Depuis cette époque, il semble qu'on ait surtout construit des installations utilisant le furfurol.

En France, 5 raffineries traitent leurs huiles par solvant. Quatre emploient le furfurol, une le phénol. Les résultats obtenus à l'aide de l'un ou l'autre de ces solvants sont assez voisins, mais la raison qui a guidé certains raffineurs vers le furfurol est que ce produit n'a guère d'autres usages que le traitement des huiles, tandis que le phénol est un produit chimique déjà employé dans un bon nombre de synthèses et qui le sera peut-être bientôt dans beaucoup d'autres. On peut craindre soit de voir monter considérablement son prix, soit d'en manquer un jour.

Variables du procédé

a) L'huile matière première - Analyse

Quand nous parlons d'hydrocarbures paraffiniques dans les lubrifiants, il s'agit en fait d'hydrocarbures lourds contenant de 20 à 40 atomes de carbone et comprenant, en général, un ou 2 noyaux naphténiques associés avec de longues chaînes latérales paraffiniques.

Rossini, qui poursuit depuis trente ans le programme n°6 de recherches de l'A. P. I., consistant en l'analyse complète d'un brut typique des U.S.A. (Ponca City), a opéré comme suit son investigation sur les fractions lourdes de ce brut.

Il isola d'abord, par distillation sous vide, la fraction qui pouvait contenir les lubrifiants et qui représentait environ 10 % du brut et il soumit cette fraction aux traitements suivants :

- a) Déparaffinage à - 18°C au chlorure d'éthylène ;
- b) L'huile déparaffinée fut traitée à 40° par SO₂ qui donna un raffinat et un extrait ;
- c) Le raffinat fut traité au gel de silice pour donner une huile extra-blanche (water white), tandis que le gel de silice retenait une certaine quantité d'huile ;

TABLEAU I ⁽¹⁾

Fraction	%	Composition moléculaire	% de la fraction	% du total
Huile extra- blanche	35	1 noyau naphténiq. + chaîne latérale paraffinique	92	32, 2 { 5, 3 15, 7 11, 2
		2 noyaux naphténiq. + chaînes latérales paraffiniques		
		3 noyaux naphténiq. + chaînes latérales paraffiniques		
		1 noyau naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques		
Extrait	22	2 noyaux naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques	8	2, 8
		2 noyaux naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques		
		2 noyaux naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques		
		2 noyaux naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques		
		2 noyaux naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques		
		2 noyaux naphténiq. + 1 noyau aromatique + chaînes latérales paraffiniques		
Paraffine	35	2 noyaux naphténiq. + 2 noyaux aromatiques + chaînes latérales paraffiniques	67	14, 7 { 8, 1 6, 6
		1 noyau naphténiq. + 3 noyaux aromatiques + chaînes latérales paraffiniques		
Asphalte	8	1, 2 ou 3 noyaux naphténiq. + chaînes latérales paraffiniques	50	17 { 9 18 } 26
		Paraffines normales + peut-être quelques isoparaffines		
Asphalte	8	Probablement noyaux aromatiques très condensés, associés avec la partie étrangère aux hydrocarbures de la matière première (S, N, O, etc.).		

(1) Sachanen : The Chemical Constituents of Petroleum, p. 236.

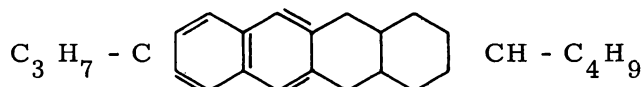
EXTRACTION DES AROMATIQUES

d) L'extract était repris par l'éther de pétrole à - 55°C et donnait deux fractions, l'une soluble dans l'éther de pétrole, l'autre insoluble et dénommée asphaltique. La partie soluble dans l'éther fut combinée avec la fraction qui avait été absorbée par le gel de silice pour constituer ce qu'on appellera l'extrait de l'huile lubrifiante :

1. - La partie paraffineuse extraite par l'opération de déparaffinage était de : 35 %
2. - La partie asphaltique : 8 %
3. - L'extract : 22 %
4. - L'huile extra-blanche : 35 %.

L'analyse détaillée de chacune de ces fractions fut poursuivie et permet d'établir le tableau I.

La formule d'une fraction retirée de l'extract était par exemple la suivante :



Ces résultats d'analyse montrent la complexité de la structure des matières de base à huiles lubrifiantes et ce n'est qu'à la suite d'essais fort nombreux avec divers solvants ou combinaisons de solvants, employés en proportions diverses et à des températures différentes, qu'on est parvenu à isoler des fractions lourdes de pétroles bruts sélectionnés, des huiles lubrifiantes à caractéristiques tout à fait satisfaisantes.

Comportement des huiles lourdes en présence d'un solvant

Considérons un distillat lourd que nous mélangeons avec des quantités de plus en plus grandes d'un solvant bien choisi, par exemple le furfural, soit 20 %, 40 %, 60 % de solvant par rapport à l'huile. Nous supposons que le solvant est très chaud.

Chacun des mélanges successifs est refroidi jusqu'à la température ambiante et on repère pour chaque mélange qu'il existe une température où la solution, qui était claire au-dessus de cette température, se trouble brusquement et laisse séparer une phase huileuse. Celle-ci augmentera d'ailleurs en importance au fur et à mesure que nous baisserons la température.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

Etablissons un graphique sur lequel nous porterons en abscisses le pour-cent de solvant utilisé par rapport à l'huile et en ordonnées la température du mélange (fig. 1). Marquons le point A qui correspond à la séparation en 2 phases du mélange à 20 % de solvant.

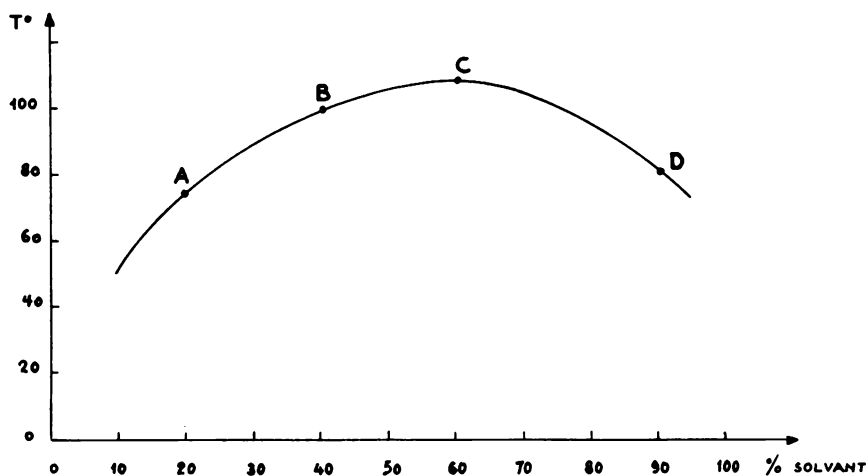


Fig. 1. Courbe des températures de solubilité du distillat en fonction de la proportion de solvant.

Au-dessus de A, le mélange est clair et homogène ; au-dessous, il y a 2 phases de séparées.

Marquons les correspondants du point A pour les mélanges de 40 %, 60 %, etc.; nous construisons ainsi une courbe de miscibilité valable pour notre huile et notre solvant. La zone située au-dessous de cette courbe de miscibilité est celle où l'on observe 2 phases, tandis que celle située au-dessus, et qui correspond à des températures plus élevées, ne comporte qu'une seule phase homogène. L'huile matière première est entièrement dissoute dans le solvant.

Raffinat et extrait

La phase d'huile séparée au-dessous de la courbe de miscibilité s'appelle le raffinat, tandis que la partie de l'huile matière première qui est restée en solution dans le solvant s'appelle l'extrait. Pour en établir les caractéristiques, on les recueillera séparément et on chassera par distillation le solvant qui les accompagne.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

b) Le solvant

Pour nous permettre d'établir les règles d'utilisation des solvants en vue d'obtenir à partir d'une huile matière première un raffinat de qualité fixée à l'avance, nous allons examiner les variables du système (1).

Nature du solvant

Deux propriétés du solvant sont en cause ici : sa sélectivité et son pouvoir solvant.

La sélectivité correspond à l'affinité préférentielle du solvant pour tel ou tel corps et qui fait qu'il pourra plus ou moins extraire ce corps du mélange constitué par l'huile matière première.

Le pouvoir solvant s'exprime par la quantité d'huile matière première qui peut se dissoudre dans l'unité de volume ou de poids du solvant.

La sélectivité est associée avec le coefficient de distribution, comme le montre le tableau II, où l'on voit l'effet de divers solvants sur une huile matière première d'indice de viscosité 20 :

TABLEAU II
Sélectivité et pouvoir solvant

Solvant % en vol./huile	Température (°C)	Raffinat	
		%	Indice de viscosité
100 % aniline	24°	88	35
50 % nitrobenzène	2°	78	35
200 % aniline	24°	85	39
45 % nitrobenzène	2°	85	33
100 % aniline	24°	88	35
100 % nitrobenzène	2°	66	47

(1) Kalichewsky et Kobe : Petroleum refining with chemicals.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

Les chiffres de ce tableau montrent que le nitrobenzène à 2°C est moins sélectif que l'aniline à 24°C, car le rendement en raffinat d'indice de viscosité 35 est moindre avec le nitrobenzène. D'autre part, si ces deux solvants sont employés suivant des proportions qui donnent le même rendement en raffinat (85 %), on voit que l'indice de viscosité du raffinat obtenu avec le nitrobenzène est aussi moindre que l'autre.

Par contre, le pouvoir solvant du nitrobenzène est plus grand que celui de l'aniline puisque le rendement en raffinat (partie insoluble) est le même quand l'huile est raffinée avec 200 % d'aniline ou 45 % de nitrobenzène.

En utilisant la même proportion (100 %) de chacun des deux solvants, l'indice de viscosité du raffinat est meilleur avec le nitrobenzène, mais le rendement est mauvais : la quantité d'aniline qu'il faudrait employer pour obtenir le même indice de viscosité serait très considérable. Dans ces conditions, on voit que si l'on désire préparer un raffinat d'indice de viscosité plutôt bas il y a avantage à employer l'aniline et que si nous voulons obtenir un raffinat d'indice de viscosité assez haut il peut être avantageux d'utiliser le nitrobenzène.

Proportion de solvant

Lorsqu'on augmente la proportion de solvant employé, on diminue la quantité de raffinat, mais améliore sa qualité, comme on le voit dans le tableau III :

TABLEAU III

Effet de la proportion de solvant
sur rendement et qualité du raffinat
(furfurol à 93°C)

Solvant % en vol.	Raffinat			
	Rendement % en vol.	Densité	Index de viscosité	Conradson % en poids
0	100	0,925	65	2,9
300	75,2	0,900	84,7	1,1
600	62,6	0,895	88,6	0,9
900	53,3	0,892	91,0	0,8
1 200	47,1	0,891	93,2	0,7

EXTRACTION DES AROMATIQUES

c) La température d'extraction

La température d'extraction a une grande influence sur les résultats.

Le pouvoir solvant augmente avec la température, mais surtout au voisinage de la température de miscibilité. La sélectivité décroît au contraire quand la température augmente et surtout aussi au voisinage de la température de miscibilité. Ces effets, en sens inverse, font penser qu'il doit y avoir en général une température optimale d'extraction. On verra sur le tableau IV l'effet de la température d'extraction sur le rendement et la qualité du raffinat obtenu en traitant à la chloraniline une huile matière première dont l'indice de viscosité est de 74.

TABLEAU IV

Effet de la température d'extraction
sur le rendement et l'indice de viscosité du raffinat

Solvant % en vol.	Température d'extraction (°C)	Raffinat	
		Rendement % en vol.	Indice de viscosité
400	24	37	97
400	38	9	104
300	24	43	95
240	38	23	97
150	24	64	89
150	38	43	100
900	24	31	100

Les chiffres de ce tableau montrent qu'une température relativement basse améliore la sélectivité du solvant. On obtient en effet à 24°C des rendements en raffinat sensiblement supérieurs à ceux obtenus à 38°C.

Nous serons amenés cependant à travailler à plus haute température si nous voulons obtenir un bon index de viscosité, sans être obligés d'employer une quantité trop forte de solvant. Finalement on peut arriver à concilier les extrêmes, dans une certaine mesure,

EXTRACTION DES AROMATIQUES

en utilisant l'artifice du gradient de température dans notre colonne d'extraction. On appelle ainsi l'application d'une échelle de températures croissante ou décroissante, suivant les cas, aux différents niveaux de notre colonne.

Le gradient de température permet, en général, d'augmenter notablement l'efficacité d'une colonne de hauteur donnée et c'est l'expérience qui indiquera quel est le gradient à employer suivant la matière première, le solvant et les proportions de l'un et de l'autre. Les températures optimales de fond de tour (T_1) et de tête de tour (T_2) sont conditionnées par les lois de l'échange et de la stabilité.

Kalichewsky a établi, d'après des bases expérimentales, des corrélations de rendement applicables au traitement au solvant des huiles de graissage. Pour une colonne isotherme, il trouve entre la proportion E d'huile dissoute dans le solvant et la quantité S de solvant utilisée, en volumes, à la température de traitement T, une relation de la forme :

$$\log E = \alpha \log S + B$$

Entre le Δ VI (différence entre le VI du raffinat et celui du distillat, tous deux déparaffinés dans des conditions bien déterminées) et le taux de solvant S, existe une relation du type :

$$\log \Delta VI = (a + bT) \log S + (c + dT)$$

Dans le cas de traitement au furfurool avec un gradient de température, on peut trouver (en s'inspirant des relations précédentes) une corrélation du genre :

$$\log \Delta VI = (a + bT_1) \log \frac{S - S_r}{E} + (c + dT_1)$$

- S Taux de solvant (% en volume)
S_r Quantité totale de solvant partant dans la phase raffinat (en volume, pour 100 volumes d'alimentation)
E Rendement de l'extrait (% en volume)
a, b, c et d Constantes pour un grade, une tour d'extraction et une allure donnés
T₁ Température de fond de tour.

Cette dernière corrélation montre que la température T₁ du fond de tour joue un rôle direct sur la variation du V.I. , tandis que la

température T_2 de tête n'intervient que par l'intermédiaire de S_r .

En fait, des températures autres que les températures optimales trouvées par cette relation peuvent donner de meilleurs résultats pratiques, surtout quand il y a des anomalies telles que : émulsions, courants préférentiels, etc. Néanmoins, on constate que la température de fond de tour est la plus sensible : une faible diminution de cette température améliore le rendement, mais altère la qualité.

REALISATION PRATIQUE DE L'EXTRACTION (1)

A. But

Il s'agit principalement d'obtenir sur l'huile de base (avant dosage) le chiffre d'indice de viscosité souhaité pour un point de congélation imposé. Il est important de noter que les deux traitements :

- Extraction au solvant où l'on concentre les paraffiniques (ce qui améliore l'indice de viscosité mais détériore légèrement le point de congélation)
- Déparaffinage où l'on enlève certains paraffiniques (ce qui améliore le point de congélation mais détériore sensiblement l'indice de viscosité),

ne sont pas indépendants. En particulier, l'ordre dans lequel ils sont effectués influe sur le contrôle de l'extraction.

Premier cas : Le déparaffinage est effectué avant l'extraction au solvant

Cet ordre de passage se rencontre rarement dans l'industrie du pétrole pour des raisons économiques. Au cours du traitement au solvant du distillat déparaffiné, le point de congélation remonte légèrement mais il reste assez bas (c'est celui de l'huile finie) pour que la mesure de l'indice de viscosité soit possible sur le raffinat. Dans ce cas, le contrôle est facile : il suffit de vérifier que l'indice de viscosité est correct.

(1) La rédaction de la suite de ce chapitre est due presque en totalité à M. René Daudin, ingénieur à la raffinerie de Dunkerque.

Deuxième cas : L'extraction au solvant est réalisée avant le déparaffinage

Dans ce cas qui est le plus fréquent, il est impossible de mesurer l'indice de viscosité sur le raffinat car son point de congélation est trop élevé. Le contrôle est plus difficile : il faut obtenir un raffinat tel qu'après déparaffinage le couple indice de viscosité - point de congélation, ait une valeur correcte.

B. Méthodes d'extraction

Toutes les méthodes pratiques d'extraction doivent réaliser trois opérations :

- Le contact intime du distillat et du solvant choisi,
- La répartition différente entre la phase solvant et la phase huile des paraffiniques, naphténiques et aromatiques contenus dans le distillat ; à l'équilibre, cette répartition s'effectue suivant les coefficients de partage,
- La récupération du solvant contenu dans les deux phases liquides formées (phase raffinat et phase extrait) ; le moyen le plus souvent utilisé est une distillation suivie d'un stripping à la vapeur d'eau surchauffée et la chaleur nécessaire à la vaporisation du solvant est fournie, soit dans des fours, soit dans des échangeurs tubulaires par l'intermédiaire d'un fluide chauffant, gas-oil chaud ou vapeur d'eau.

L'extraction peut s'effectuer en opérations discontinues ou continues ; nous ne parlerons que des procédés continus qui peuvent être classés en deux grandes catégories : l'extraction étage par étage et l'extraction progressive.

1. Extraction étage par étage

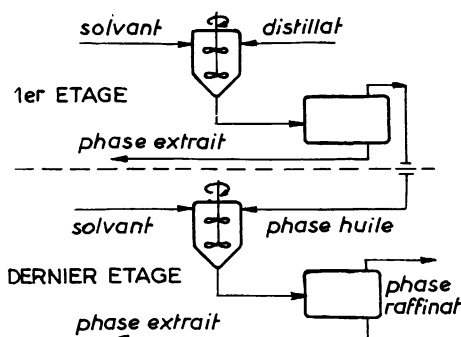
Le contact du distillat et du solvant a lieu par mélange sous forme liquide. A partir de l'émulsion formée il faut séparer deux phases liquides : la phase solvant et la phase huile ; l'agent de séparation utilisé est la pesanteur. Chaque étage d'extraction comporte donc deux stades : un mélange et une décantation. Le nombre d'étages de traitement est un nombre entier et fixe, généralement de 3 à 7.

a) Mélangeurs, décanteurs à co-courant

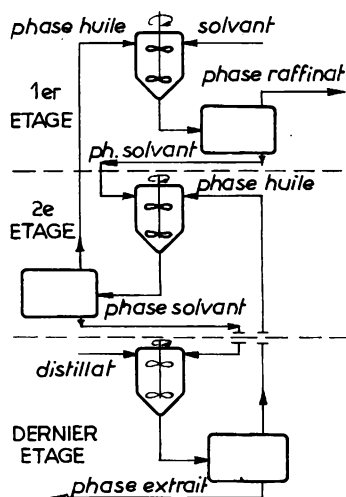
Le distillat et le solvant sont mis en contact dans le mélangeur

EXTRACTION DES AROMATIQUES

du premier étage. La phase raffinat est soutirée dans le décanteur du dernier étage. A chaque étage, la phase huile venant de l'étage précédent est traitée par du solvant pur et la phase solvant est soutirée comme phase extrait. Dans chaque décanteur où l'équilibre physique est presque atteint, il se forme un interface à cause de la miscibilité partielle de l'huile et du solvant.



b) Mélangeurs, décanteurs à contre-courant



Le solvant est introduit au premier étage et le distillat au dernier étage. La phase raffinat est soutirée au premier étage ; la phase solvant du dernier étage est soutirée comme phase-extrait. A chaque étage, la phase huile venant de l'étage suivant est traitée par la phase solvant venant de l'étage précédent au lieu de l'être par du solvant pur.

Pour obtenir, à partir du même distillat, un raffinat de même composition, il faut donc mettre en œuvre une quantité de solvant plus petite que dans l'extraction à co-courant ; de plus, le rendement en raffinat est meilleur d'abord parce que la phase-solvant peut dissoudre moins de raffinat, ensuite parce qu'on ne la soutire pas (une partie de ce raffinat

dissous peut encore être relarguée dans les étages suivants) ; par contre, la phase solvant peut dissoudre aussi moins d'extrait que le solvant pur : l'efficacité du contact est donc plus faible et le nombre d'étages requis plus grand que dans le co-courant.

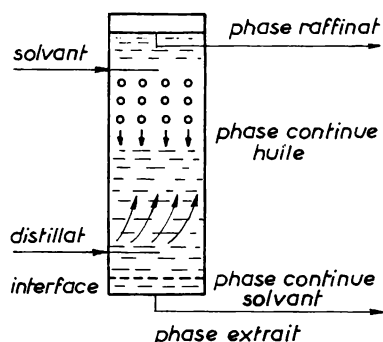
2. Extraction progressive

Le contact a lieu par contre-courant sous forme dispersée ; le contre-courant est réalisé en utilisant la pesanteur, c'est-à-dire la différence de densité entre le distillat et le solvant ; on peut faire la dispersion d'un seul liquide ou de chacun des deux liquides dans l'autre.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

Le transfert de matière s'effectue par une diffusion continue et progressive sur toute la longueur du contre-courant ; cette longueur est fixe et l'on peut définir comme nombre "d'étages théoriques" le nombre de mélangeurs-décanteurs idéaux (c'est-à-dire dans lesquels il y aurait équilibre parfait et séparation totale des deux phases) qui seraient nécessaires par une méthode d'extraction étage par étage pour obtenir la même qualité de raffinat. L'extraction progressive comporte donc : un appareillage vertical (c'est-à-dire une colonne) pour réaliser le contre-courant, un dispositif de dispersion et presque toujours un équipement pour améliorer le contact.

a) Colonne à contre-courant simple



Prenons le cas d'un solvant choisi comme seule phase dispersée et de densité plus grande que le distillat.

Le solvant et le distillat sont introduits chacun à une extrémité de la colonne ; celle-ci est complètement remplie de liquide jusqu'à un niveau situé au-dessus de l'arrivée du solvant.

Le distillat monte sous forme liquide et rencontre les gouttelettes de solvant qui descendent et finissent par se rassembler ou coalescer en une phase continue qu'on soutire comme phase extrait. Le raffinat est recueilli par débordement. Comme dans les décanteurs, une interface marque la séparation entre la phase continue huile et la phase continue solvant.

Les conditions de débit et de turbulence dans la colonne influent considérablement sur le transfert de matière car les vitesses de diffusion en régime turbulent sont beaucoup plus grandes que les vitesses de diffusion dans un écoulement laminaire. On peut d'ailleurs se représenter l'extraction comme un échange de matière s'effectuant à la surface de contact entre deux films et définir pour chaque film un coefficient de transmission :

$$k = \frac{D}{x}$$

avec D = vitesse de diffusion,
et x = épaisseur du film ;

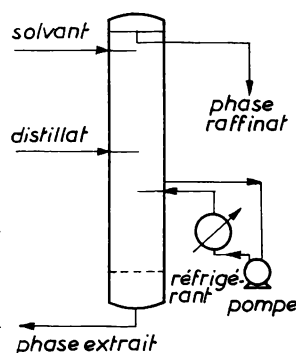
EXTRACTION DES AROMATIQUES

cette épaisseur est d'autant plus faible que le diamètre des gouttelettes (ici, du solvant) est plus petit et que les courants sont plus turbulents.

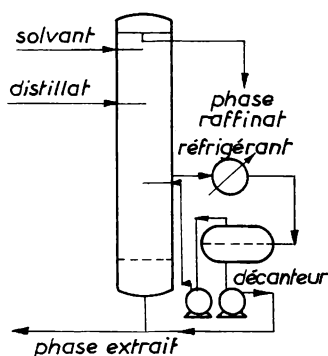
b) Colonne à contre-courant avec reflux

Pour obtenir aussi l'extrait avec un haut degré de pureté et améliorer le rendement en raffinat, on utilise souvent, même dans l'extraction étage par étage, un reflux interne ou externe ; on remarquera qu'en extraction le solvant joue un rôle analogue à celui de la température en distillation ; par conséquent ici "reflux" est synonyme de retrait de solvant.

1. Le reflux interne c'est-à-dire le déplacement de solvant à l'intérieur de la colonne est réalisé par le refroidissement du produit situé en-dessous de l'arrivée du distillat. L'abaissement de température entraîne une diminution de solubilité de l'huile dans le solvant ; il y a séparation de la phase solvant en deux phases : une phase riche en huile qui remonte parce que de densité plus faible et une phase riche en solvant qui continue à descendre dans la colonne.



2. Le reflux externe c'est-à-dire le retrait de solvant vers l'extérieur du système est réalisé par un retrait de chaleur suivi d'une décantation extérieure. Seule la phase riche en huile (on appelle quelquefois cette huile "pseudo-raffinat") est renvoyée dans la colonne et remonte comme dans le cas précédent ; et la phase solvant qui descend alors dans la colonne est moins riche en solvant et dissout donc moins d'huile ; ce procédé donne, en général, un extrait plus pur.



Dans le cas d'un reflux externe ou interne le distillat n'est donc plus introduit à une extrémité de la colonne mais vers le milieu. On peut schématiquement séparer une telle colonne en trois zones :

EXTRACTION DES AROMATIQUES

- Une zone de contact ou de traitement située entre l'arrivée du distillat et celle du solvant ; dans cette zone, la température est constante et aussi proche que possible de la température de miscibilité totale.

- Une zone de reflux dans laquelle l'abaissement de température provoque un relargage de l'huile et améliore en outre la sélectivité du solvant ; il y a souvent deux recirculations pour refroidir le produit situé dans cette zone ; on évite ainsi les risques d'émulsion et d'entraînement qui existeraient avec une seule recirculation à très gros débit.

- Une zone de décantation à température constante où il y a coalescence de la phase dispersée.

C. Appareillage utilisé

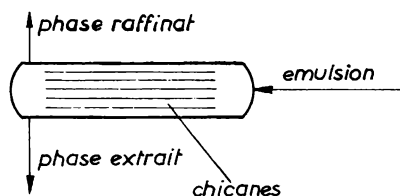
Les unités modernes sont dotées de colonnes à contre-courant qui, à investissement égal, permettent des allures plus grandes que les anciens mélangeurs-décanteurs.

1. Mélangeurs

Dans la méthode d'extraction étage par étage le mélange peut être réalisé, soit dans un ballon, soit en ligne.

a) Dans un ballon les produits sont brassés par un agitateur vertical à hélices ou à palettes. L'agitation doit être suffisante pour éviter la séparation des deux liquides par différence de densité mais ne doit pas être trop forte sinon la force centrifuge entraînerait le liquide le plus lourd vers les parois du récipient.

b) Les mélangeuses en ligne assurent l'émulsion, soit par un dispositif statique qui crée une turbulence dans l'écoulement des deux liquides (injecteur), soit par un dispositif d'agitation mécanique (pompe centrifuge).



2. Décanteurs

Les décanteurs doivent permettre la rupture de l'émulsion formée et la coalescence de toutes les gouttelettes. Une courte période sans agitation est

EXTRACTION DES AROMATIQUES

souvent suffisante. Les décanteurs sont presque toujours des ballons cylindriques horizontaux d'environ 10 mètres de long et 1,80 mètre de diamètre.

Ils sont parfois munis de chicanes longitudinales (verticales, horizontales ou inclinées à 45°) ou transversales. L'émulsion arrive à une extrémité dans l'axe du cylindre, les deux produits sortent à l'autre extrémité, l'un au-dessus, l'autre au-dessous.

3. Colonnes à contre-courant

a) Tours verticales

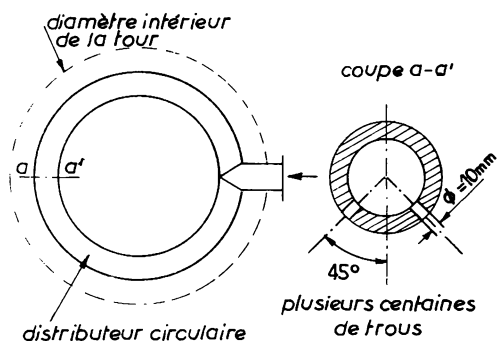
Les colonnes à contre-courant sont des tours cylindriques verticales pouvant atteindre 30 mètres de hauteur et 2,50 mètres de diamètre.

Le diamètre est fonction des débits des phases et de l'équipement intérieur.

La hauteur est fonction du nombre d'étages de traitement. Une méthode simple et grossière mais souvent utilisée pour établir le projet des colonnes à contre-courant consiste d'abord à calculer le nombre n d'étages théoriques nécessaires pour réaliser l'extraction demandée par la méthode d'étage par étage, ensuite à déterminer la hauteur h équivalente à un étage théorique au moyen d'une expérimentation sur une colonne du même type déjà construite, enfin à admettre que la hauteur H de la tour se déduit de la relation :

$$H = n \times h.$$

b) Dispositifs de dispersion



Ce sont des distributeurs percés de trous d'environ 1 cm de diamètre qui pulvérisent le liquide en fines gouttelettes. Les distributeurs ont des formes variées : tuyauterie rectiligne traversant la tour suivant un diamètre avec tuyauteries ramifiées, une tuyauterie circulaire ou plusieurs concentriques ; toutes ces tuyauteries sont parfois entourées d'une tuyauterie annulaire non percée de trous

EXTRACTION DES AROMATIQUES

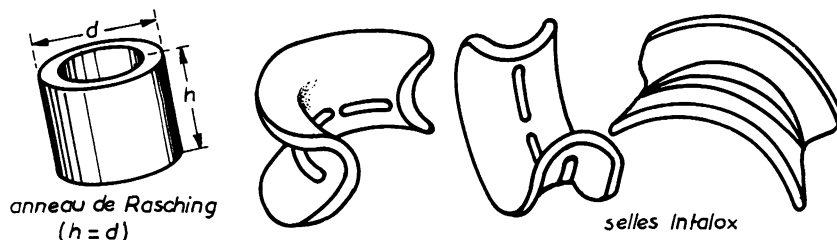
mais avec échancrures longitudinales. Le produit qui n'est pas dispersé et celui des recirculations arrivent dans la tour par un distributeur du même type pour assurer seulement une bonne répartition.

La forme des dispositifs de dispersion est très importante si la tour ne possède pas d'équipement intérieur.

c) Equipement pour améliorer le contact

Il a pour but à la fois de régulariser l'écoulement et d'augmenter la turbulence. Ce peut être soit un garnissage, soit des plateaux, soit des disques rotatifs.

- Garnissage : il se compose d'anneaux (de Raschig, de Lessing, de Pall) ou de selles (de Berl, Intalox) en céramique, en métal ou en polyéthylène, de dimensions nominales variant entre 1/2" et 2".



Caractéristiques physiques comparées
de divers garnissages en céramique

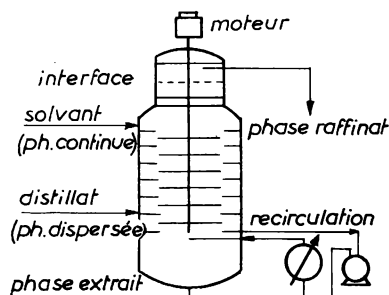
Type	Nombre par m ³	Surf. Approximative m ² /m ³	Pourcentage d'espace libre
1" Raschig	47 500	190	73
1" Berl	77 500	250	69
1" Intalox	84 000	256	77, 5

Il est commode de disposer les anneaux dans la tour en une dizaine de lits séparés par des espaces sans garnissage; dans ces espaces on place des chicanes de redistribution pour éviter des écoulements préférentiels surtout dans le cas où la phase dispersée ne mouille pas les anneaux. Les tours d'extraction avec garnissage d'anneaux de Raschig sont les plus courantes.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

- Plateaux : ce sont soit des plateaux en chicanes qui dirigent seulement l'écoulement des liquides, soit des plateaux perforés qui redispersent chacun la phase dispersée après chaque coalescence intermédiaire.
- Disques rotatifs : la tour cylindrique verticale est divisée en un certain nombre de compartiments par une série de disques annulaires fixés aux parois. Dans chaque compartiment est centré un disque que supporte un seul arbre tournant. La vitesse de rotation des disques dans les compartiments détermine la dimension des gouttelettes formées et est une variable importante du système ; elle de l'ordre de 20 tours par minute. Le Rotating Disc Contactor (R.D.C.) est une colonne à contre-courant de ce type.

Dans l'extraction au furfural des huiles lubrifiantes, le R.D.C. tend à remplacer la classique tour à garnissage ; en effet, un R.D.C. possède une plus grande efficacité qu'une colonne garnie de même hauteur et il a une plus grande souplesse d'utilisation.



D. Principaux solvants industriels

1. Solvants simples

Les quatre principaux solvants simples qui aient été utilisés sont par ordre d'importance décroissante, le furfural, le phénol, le dichlorodiéthyl-éther et le nitrobenzène ; tous ces solvants sont plus lourds que l'eau.

a) Le furfural (densité à 20°C = 1,159 ; température d'ébullition normale = 162°C) est une aldehyde cyclique, (on emploie encore l'ancien nom de "furfurol" qui vient du latin "furfur oléum", huile de son) ; le furfural possède une très grande sélectivité, c'est-à-dire qu'il dissout parfaitement les aromatiques, très bien les naphténiques et peu les paraffiniques. Son pouvoir solvant conduit à des températures d'extraction de l'ordre de 65°C à 150°C. Le taux de solvant varie entre 50 % et 350 %.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

b) Le phénol (densité à 25°C = 1,071 ; température d'ébullition normale = 182°C) est utilisé pour le traitement des huiles de haute viscosité et très paraffineuses, à des taux de solvant de 100 % à 250 % avec une température d'extraction voisine de 90°C. Il n'y a pas de recirculations, mais pour réduire la solubilité de l'huile et provoquer un relargage on injecte au fond de la tour une partie de la couche riche en eau contenue dans l'accumulateur d'eau et de phénol.

c) Le dichlorodiéthyl-éther utilisé dans le procédé chlorex (densité à 20°C = 1,213 ; température d'ébullition normale = 178°C) possède un grand pouvoir solvant qui permet des températures d'extraction inférieures à 40°C ce qui nécessite le déparaffinage avant l'extraction. Le taux de solvant varie entre 75 % et 150 %.

d) Le nitrobenzène (densité à 25°C = 1,173 ; température d'ébullition normale = 211°C) est un solvant à la fois très sélectif et de très grand pouvoir solvant, mais il est toxique.

2. Solvant binaire

Le procédé Edéleanu utilise un solvant composé de SO₂ et de benzol (benzène commercial). En effet le SO₂ est trop sélectif pour les aromatiques : il ne dissout presque pas les naphéniques. Pour produire un raffinat de haut indice de viscosité, il faut y ajouter du benzol qui dissout l'huile en toutes proportions. Le mélange contient jusqu'à 25 % de benzol, le taux de solvant varie entre 100 % et 300 % mais il est nécessaire d'effectuer le traitement sous pression pour être en phase liquide (température d'ébullition normale du SO₂ = - 10°C). De plus, les deux solvants sont récupérés séparément des deux phases raffinat et extrait pour permettre l'ajustement de concentration du benzol dans le mélange, en fonction du distillat traité et du raffinat désiré.

3. Solvant complexe

Le procédé Duosol utilise deux liquides pratiquement immiscibles : un solvant simple et un solvant binaire qui sont introduits séparément dans le circuit de traitement étage par étage.

E. Conditions d'une bonne extraction

1. Caractéristiques des produits

a) Le solvant doit être très pur et en particulier :

EXTRACTION DES AROMATIQUES

- . Exempt d'eau, ce qui est obtenu par un bon fonctionnement du circuit de séchage du solvant ; pour le furfural le maximum d'eau admissible est de 0,2 % en poids.
- . Exempt d'huile qui pourrait provenir d'entraînements dans les tours de distillation du circuit de récupération.

Des quantités trop importantes d'eau ou d'huile diminuent le pouvoir solvant.

b) Le distillat - sa tension superficielle joue sur son pouvoir mouillant vis-à-vis du garnissage ; si elle est plus grande que celle du solvant, l'extraction sera meilleure en choisissant le distillat comme phase continue, dans une tour à garnissage.

- Sa densité et sa viscosité agissent dans le même sens s'il n'est pas dispersé : plus sa densité est faible, plus sa viscosité l'est aussi et l'extraction est plus efficace, d'abord à cause d'un meilleur écoulement à contre-courant (différence de densité entre solvant et distillat plus grande), ensuite parce que le diamètre des gouttelettes de solvant est plus petit (le diamètre des gouttelettes de la phase dispersée diminue en même temps que diminue la viscosité de la phase continue), d'où un coefficient de transmission meilleur.
- Sa pureté : il importe que les coupes de distillat huileux soient bien triées, d'une part les coupes légères, sinon l'on observe des entraînements d'huile très légère en tête des strippers sous vide du circuit de récupération (ce qui nuit au bon fonctionnement du circuit de séchage), d'autre part les coupes lourdes, sinon la présence de résines à l'interface de la tour d'extraction gêne considérablement la coalescence de la phase dispersée.

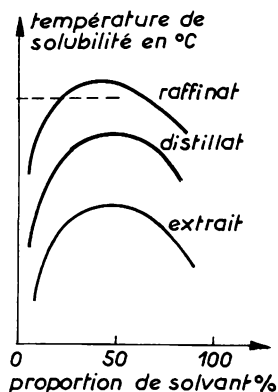
2. Conditions opératoires

a) La température de tête de la colonne doit être choisie aussi proche que possible de la température de miscibilité totale du raffinat recherché dans le solvant.

Les courbes de solubilité, au repos, du distillat, du raffinat recherché et de l'extrait peuvent être tracées d'après des mesures de laboratoire.

Dans le cas fréquent où le mélange du solvant avec le distillat se

EXTRACTION DES AROMATIQUES



produit sans effet thermique appréciable, l'extraction est meilleure si l'on maintient une température constante entre la tête de la colonne et le niveau d'arrivée du distillat ; cela ne présente aucun risque de mexion des phases à ce dernier niveau car le solvant qui y rencontre le distillat contient déjà beaucoup d'extrait, d'où une solubilité plus faible que celle mesurée avec du solvant pur. De même, le pourcentage de solvant contenu dans la phase raffinat est un peu plus élevé que celui lu sur la courbe,

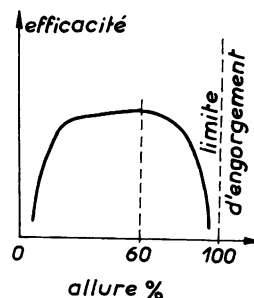
par suite de l'écoulement turbulent qui éloigne le système de l'équilibre.

b) L'allure : Puisque l'augmentation des débits favorise la turbulence, l'extraction est plus efficace à forte allure à condition de n'être pas trop près de l'engorgement ; cette influence de l'allure sur l'efficacité est cependant peu sensible dans une colonne à disques rotatifs où la turbulence créée par la rotation est beaucoup plus importante. L'engorgement se caractérise par un assombrissement brutal de la couleur du raffinat et des variations sinusoïdales de sa densité. Dans une colonne à garnissage, la limite d'engorgement dépend de l'équipement intérieur — le garnissage intervient par sa forme et sa dimension. Il semble que la limite soit atteinte plus rapidement avec des anneaux de Raschig qu'avec des selles Intalox de même dimension, sans doute à cause de la différence d'espace libre. Il semble aussi y avoir une dimension critique minima de garnissage, variable avec le diamètre des gouttelettes donc avec la viscosité de la phase continue ; en régime normal, quand la dimension du garnissage se trouve au-dessus de ce minima, les vides du garnissage sont beaucoup plus grands que les gouttelettes, de sorte que celles-ci se déplacent rapidement, se cassent en touchant les anneaux et forment des gouttelettes plus petites ; avec des débits plus élevés le diamètre moyen des gouttelettes ne fait qu'augmenter légèrement à cause des chocs sur le garnissage qui se font plus rares. Au contraire, si le garnissage possède la dimension critique, les gouttelettes sont seulement ralenties en régime normal, mais sont de plus en plus rattrapées par les suivantes à mesure que l'allure augmente : elles finissent par fusionner et provoquer un engorgement local.

Les équipements de redistribution disposés entre les lits peuvent aussi entraîner des engorgements locaux.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

La courbe de variation d'efficacité globale de la colonne avec les débits montre qu'il n'est pas souhaitable d'approcher trop de la limite d'engorgement, l'optimum se situant vers 60 % de cette limite.



c) L'interface : L'expérience prouve que le rendement est meilleur quand le niveau de l'interface est élevé, c'est-à-dire quand le temps de décantation est augmenté.

PROCEDE AU FURFURAL

Principe de l'opération

La séparation des aromatiques est obtenue par l'action solvante du furfural, aldéhyde cyclique, qui dissout préférentiellement les molécules "à noyaux".

Le contact entre l'huile et le solvant est réalisé par une circulation à contre-courant dans une colonne à garnissage, dans des proportions et à une température qui sont fonction de la nature de l'huile et de l'indice de viscosité qu'on veut lui donner.

D'une façon générale, le pouvoir solvant du furfural augmentant avec la température et diminuant quand la masse moléculaire de l'huile est plus forte, la température de traitement et le taux de solvant seront de plus en plus élevés quand on passera des distillats légers aux distillats lourds.

De la colonne d'extraction sortent :

- Une "phase raffinat" dite "raffinat mixte", de nature paraffinique, avec un peu de furfural (15 à 20 %),
- Une "phase extrait" dite "extrait mixte", à base de furfural (85 à 95 %), contenant les composants éliminés.

Il reste alors à récupérer par distillation le solvant, qui sera recyclé. Cette opération est évidemment plus longue pour la phase extrait que pour la phase raffinat. Elle est compliquée par le fait que le furfural forme avec l'eau un azéotrope.

Signalons également que deux propriétés du furfural donnent un souci constant :

EXTRACTION DES AROMATIQUES

- L'oxydation, en présence d'air atmosphérique ou d'air dissous, donne naissance à des produits acides, agents de corrosion pour le matériel de l'unité ;
- Le cokage, notable à partir de 230°C environ, oblige à une surveillance très stricte des appareils, faisceaux tubulaires en particulier, où l'on atteint cette zone de température.

Description d'une unité industrielle (voir plan schématique à la fin de ce chapitre)

L'unité peut être divisée en 4 sections principales :

- Circuit traitement : dans lequel les constituants indésirables de l'huile traitée sont éliminés par le furfural qui est mis en contact intime avec elle dans la tour d'extraction DA. 1.
- Circuit raffinat : où le furfural de la phase raffinat est récupéré par distillation sous vide avec injection de vapeur dans le stripper de raffinat DA. 4.
- Circuit extrait : où le furfural de la phase extrait est récupéré :
 - a) Par distillation sèche sous basse pression dans la tour à furfural DA. 3,
 - b) Par distillation sèche sous pression dans la tour de détente de l'extrait DA. 6,
 - c) Par distillation sous vide avec injection de vapeur dans le stripper d'extrait DA. 2.
- Circuit de séchage du solvant : où est éliminée l'eau contenue dans le furfural provenant des vapeurs de tête des deux stripers DA. 4 et DA. 2, de la tour de furfural et de la tour de séchage. Le furfural sec est stocké dans l'accumulateur FA. 3 et renvoyé, à travers différents échangeurs, à la tour d'extraction DA. 1 et en reflux dans les différentes tours et stripers.

1. Traitement

L'alimentation en huile est assurée par la pompe GA. 1, qui refoule vers le désaéreur DA. 7 à travers les échangeurs de chaleur EA. 16. La température est réglée par le jeu d'une vanne automatique à trois voies qui fait passer dans la calandre de l'EA. 16 une fraction plus ou moins grande de l'alimentation. Du côté tubes circule l'extrait venant du stripper DA₂ et allant au stockage.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

Le désaéreur DA. 7 maintenu à une pression absolue de 50 mm Hg environ, et où l'on peut effectuer une injection de vapeur surchauffée, a pour rôle d'éliminer l'humidité et l'air contenus dans l'huile. L'air dissous risquerait en effet d'oxyder le furfural.

L'huile reprise au fond de DA. 7 par la pompe GA. 2 est envoyée dans la tour d'extraction DA. 1 par l'une des trois entrées possibles, en fonction de la qualité désirée du raffinat. On alimente presque toujours par l'arrivée inférieure qui laisse une zone d'extraction plus vaste.

La DA. 1 comporte 9 étages garnis d'anneaux Raschig. Les 8 étages supérieurs ont une hauteur de 1525 mm, l'étage inférieur une hauteur de 610 mm. Entre chaque étage se trouvent des plaques de redistribution. Le rôle des anneaux Raschig est de permettre un contact intime entre les courants inverses d'huile et de furfural. Le furfural, de densité supérieure à celle de l'huile, est injecté au sommet de DA. 1. Sa température conditionne celle de la tête de tour. Il rencontre, en descendant, le courant ascendant d'huile dont il dissout une partie. Par ailleurs, deux soutirages d'extraît mixte sont prélevés latéralement par les pompes GA. 11 et GA. 12, refroidis respectivement dans les réfrigérants EA. 15 et EA. 14 et renvoyés dans la tour. Ces deux circulations permettent de régler la température de fond de tour à la valeur désirée, plus basse que celle de la tête.

Ce gradient a pour effet de provoquer un "relargage" d'huile par le furfural qui descend et d'assurer ainsi une sorte de "reflux" interne, favorable au fractionnement.

Le raffinat mixte, qui part en tête et qui contient 15/20 % de solvant, et l'extraît mixte, qui sort en fond et est à base de 85/95 % de solvant, sont dirigés vers les circuits de récupération de solvant.

2. Récupération de solvant du raffinat

La phase raffinat quitte par gravité le sommet de la tour DA. 1, passe par les échangeurs EA. 7 où elle est réchauffée par le raffinat partant au stockage et va ensuite au réchauffeur EA. 1, chauffé au gas-oil, où 96 % environ du furfural sont vaporisés.

La phase raffinat pénètre ensuite dans la zone de détente du stripper DA. 4 maintenu sous une pression absolue de 100 mm environ. Les dernières traces de furfural sont éliminées par la vapeur surchauffée

EXTRACTION DES AROMATIQUES

injectée au fond du stripper DA.4. Un reflux de furfural est mis en tête de DA.4. Les vapeurs de tête composées de vapeur d'eau et de furfural sous forme azéotropique sont condensées dans EA.10.

Le raffinat final, soutiré du fond de DA.4 par la pompe GA.3, traverse les échangeurs EA.7, le réfrigérant EA.8 et est envoyé au stockage intermédiaire lubrifiants.

3. Récupération de solvant de l'extrait

La phase extrait quitte par gravité le fond de la tour DA.1, traverse les échangeurs EA.3, EA.4, dans lesquels elle est préchauffée par le furfural liquide. Elle passe ensuite par les échangeurs EA.5, où 40 % du furfural de la phase extrait sont vaporisés en condensant les vapeurs de furfural sec issues de la tour de détente DA.6. La phase extrait entre alors dans la zone de détente de la tour de furfural DA.3 (à 0,5 kg/cm² environ).

Les vapeurs de furfural montent dans la tour, le reflux du furfural, injecté au plateau 13, les désurchauffe. Un reflux supplémentaire injecté au plateau 7 les condense ensuite. La totalité du furfural liquide est soutirée du pan situé sous le plateau 13 et coule par gravité au ballon FA.3.

La zone de tête du DA.3 sera examinée dans le circuit de séchage du solvant.

Le fond de DA.3, composé de l'extrait et de 60 % environ de furfural de la phase extrait totale sortant de DA.1, est pompé à travers les réchauffeurs à gas-oil chaud EA.2 A.C, EA.2 B.D où environ 90 % du furfural présent sont vaporisés et détendus dans la tour DA.6 de détente sous pression à 2 kg/cm².

Un reflux de furfural est envoyé en tête de DA.6. Les vapeurs de furfural sortant en tête de tour sont condensées dans les EA.5 mentionnés plus haut.

Il est possible de recycler dans la tour d'extraction DA.1 une partie du fond de la tour de détente DA.6, dont la composition est d'environ 80 % d'extrait et 20 % de furfural. Ce recyclage de l'extrait permet d'augmenter le rendement en raffinat, mais il limite la capacité de l'installation et n'est pratiqué qu'exceptionnellement.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

Normalement, tout le produit de fond de tour DA. 6 traverse, par différence de pression, le réchauffeur à gas-oil chaud EA. 17 et pénètre dans la zone de détente du stripper d'extract DA. 2 maintenu à une pression absolue de 100 mm de mercure.

Les dernières traces de furfural sont éliminées par injection de vapeur surchauffée dans le fond du stripper DA. 2. Un reflux de furfural est envoyé en tête de la tour DA. 2. L'azéotrope qui passe en tête est condensé dans l'échangeur EA. 10, en même temps que les vapeurs de tête du stripper raffinat DA. 4.

L'extract final est pompé du fond du stripper DA. 2 par la pompe GA. 4, traverse les échangeurs EA. 16 puis le réfrigérant EB. 1 et va au stockage.

Les vapeurs de furfural sec sorties en tête de la tour DA. 6 sont condensées dans EA. 5. Le furfural, condensé et refroidi dans les échangeurs EA. 4, va ensuite dans le ballon accumulateur FA. 3, où il rejoint le soutirage du plateau 13 de la tour DA. 3.

La pompe GA. 6 reprend de FA. 3 le furfural qui traverse ou by-passe les échangeurs EA. 3 et le réfrigérant EA. 12, où il est amené à température convenable pour la tête de DA. 1.

La température du furfural destiné au reflux des tours DA. 3 et DA. 6 et des strippers DA. 4 et DA. 2 est abaissée à 40, 50°C dans le réfrigérant EA. 12.

4. Elimination de l'eau

On a vu que le furfural récupéré dans les strippers DA. 2 et DA. 4 y distillait sous forme azéotropique. Le mélange azéotropique contenant 35 % en poids de furfural et dont le point d'ébullition sous pression atmosphérique est 98°C est condensé dans le condenseur barométrique EA. 10 et recueilli dans l'accumulateur FA. 4, où il se sépare en deux couches : une couche inférieure riche en furfural et une couche supérieure riche en eau (94 % et 90 % respectivement vers 40°C).

La couche riche en furfural est refoulée par la pompe GA. 9 en tête de la tour DA. 3, où elle sert de reflux. Les vapeurs de furfural sec montant de la section inférieure de la tour fournissent la chaleur

EXTRACTION DES AROMATIQUES

nécessaire à la distillation du mélange azéotropique ; l'excédent de furfurool sec (par rapport aux 35 % qu'emporte l'azéotrope) reste liquide et descend dans la tour au plateau 13, d'où il part à l'accumulateur FA.3.

La couche riche en eau du FA.4 est refoulée par la pompe GA.10 en tête de tour de séchage DA.5. Dans cette tour, où les calories sont apportées par une injection de vapeur, on redistille l'azéotrope. L'excédent d'eau par rapport à l'azéotrope reste liquide et est purgé en fond de tour.

Les vapeurs de tête de DA.5 rejoignent celles de DA.3. Elles sont condensées dans l'EA.9 et retournent au FA.4.

On voit qu'en régime stable la quantité de furfural sec reprise de FA.3 par la pompe GA.6 et envoyée soit vers DA.1, soit en reflux vers les tours est retrouvée, aux pertes près, en tête de DA.6 et en soutirage de DA.3.

5. Divers

a) Circuit de vide. - Le vide dans le condenseur barométrique EA.10, c'est-à-dire dans DA.2, DA.4 et dans DA.7, est assuré par la pompe à vide GB.1. Un ballon séparateur à l'aspiration FA.7 permet de purger les entraînements liquides.

GB.1 refoule au-dessus du ballon d'égouttures FA.5.

b) Egouts de solvant. - Le ballon FA.5 collecte toutes les égouttures de pompes et toutes les purges où peut figurer du furfurool. Un réseau spécial d'égouts est déposé à cet effet. Le liquide recueilli est renvoyé par la pompe GA.13, soit au FA.4, soit au FA.6, accumulateur de slops de l'unité.

c) Réseau de vidange. - Tous les appareils peuvent être pompés à l'extérieur de l'unité vers un réservoir spécial, en cas de risque d'incendie. Deux collecteurs assurent ce service : l'un de pump-out chaud, l'autre de pump-out froid, en fonction de la température du produit à expédier.

Le pump-out chaud dessert :

EXTRACTION DES AROMATIQUES

DA. 2 par les pompes GA. 4, GA. 4 S
DA. 4 par la pompe GA. 3 S
DA. 6 par la pompe GA. 5 S
DA. 3 par la pompe GA. 5
FA. 3 par la pompe GA. 6 S.

Le pump-out froid :

FA. 1 }
FA. 2 } par la pompe GA. 13
FA. 5 }
FA. 6 }
FA. 4 par la pompe GA. 9 S
DA. 5 est purgée au FA. 5.

d) Stockage de solvant. - Le solvant est envoyé par le "stockage de produits chimiques" vers les bacs FA. 1, FA. 2 de l'unité où il est maintenu à l'abri de l'air par une atmosphère de gaz inerte.

e) Contrôle de l'acidité. - L'acidité du furfural est combattue par une injection de bicarbonate de soude à l'entrée froide des échangeurs EA. 3.

POINTS PARTICULIERS DANS LA CONDUITE D'UNE UNITE D'EXTRACTION AU FURFURAL

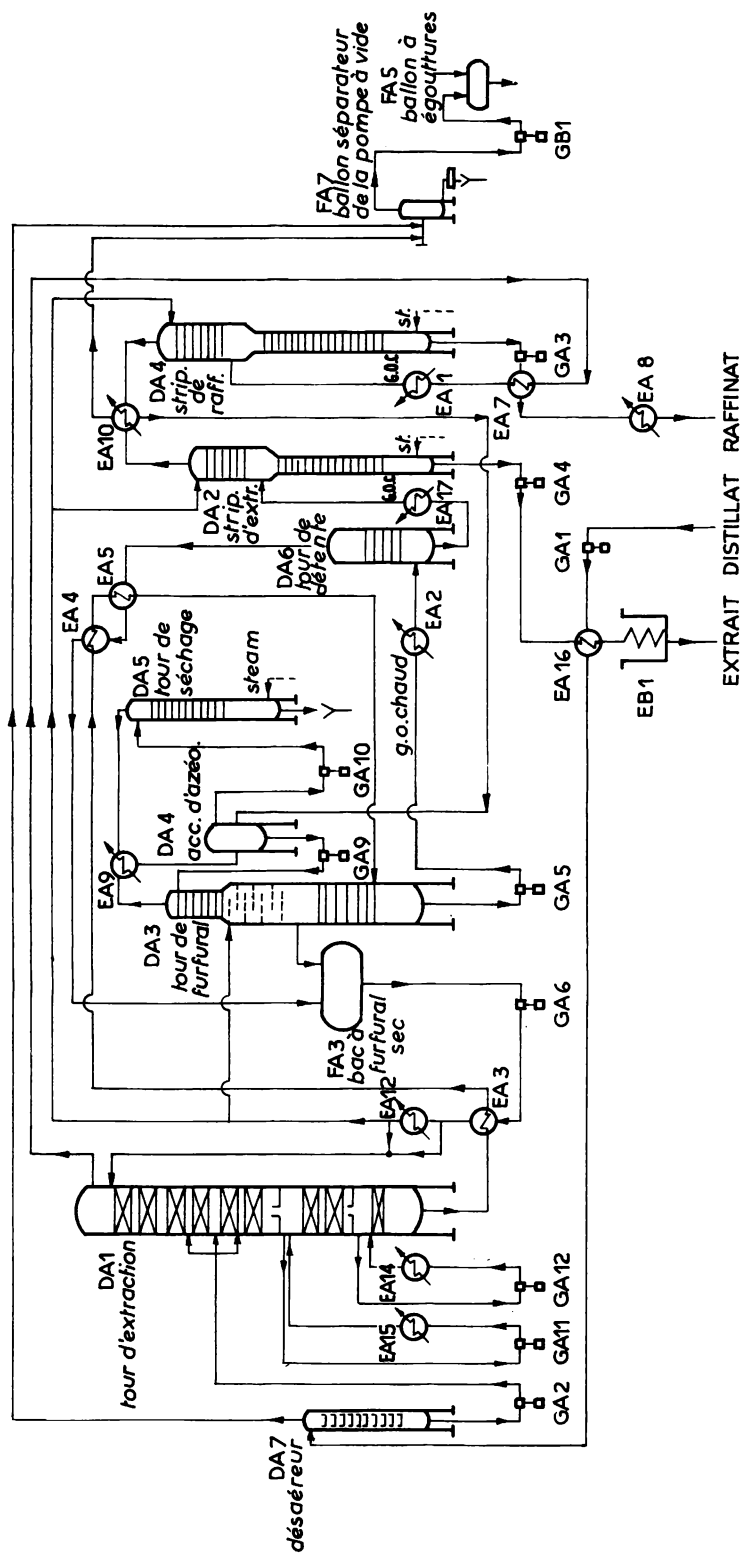
Outre la surveillance habituelle des variables de réglage, les opérateurs doivent contrôler le solvant, la qualité du raffinat et suivre tout particulièrement les changements de marche.

1. Contrôle du solvant

a) Contrôle de qualité

Les opérateurs contrôlent à l'œil l'aspect du solvant afin de s'assurer qu'il n'est pas huileux.

Son acidité est mesurée souvent pour déceler éventuellement un milieu trop acide, favorable à la corrosion des circuits de solvant humide et à l'oxydation du furfural avec formation de coke. Souvent une injection de bicarbonate de soude ou de di-éthanolamine dans le circuit de récupération du solvant est pratiquée pour maintenir l'acidité à une valeur acceptable.



Extraction des huiles lubrifiantes au furfural.

b) Contrôle de la quantité

Plusieurs fois par jour les produits susceptibles de contenir du furfural sont contrôlés avant de quitter l'unité ; des tests quantitatifs sont effectués sur le raffinat, l'extrait et les eaux de purge de la tour de séchage : la teneur en furfural est généralement 0,001% en poids ; des tests qualitatifs sont effectués sur l'eau de mer de certains réfrigérants au moyen d'une solution de dinitrophenylhydrazine ; un détecteur continu de furfural dans l'eau de mer, basé sur la forte absorption de l'ultra-violet par ce solvant est même en service dans une unité.

Chaque mois une évaluation de la quantité de furfural en circulation dans l'unité est réalisée en stabilisant les niveaux à une valeur précédemment repérée. A chaque arrêt, cette même quantité est mesurée exactement dans les réservoirs de stockage du solvant. Les pertes sont compensées à intervalles variables par des appoints de solvant frais dans le bac accumulateur d'azéotrope.

2. Contrôle de la qualité du raffinat

Ce contrôle n'est pas aisé, sauf si le déparaffinage précède l'extraction.

a) Contrôle approché

La densité du raffinat permet d'en estimer la qualité ; elle est mesurée plusieurs fois par jour ainsi que celle du distillat et de l'extrait au moyen de densimètres (dans certaines unités, il existe un appareil de mesure continue de la densité du raffinat) ; ces trois densités permettent de calculer le rendement instantané qui est le deuxième élément d'estimation ; sur certains grades le point de congélation de l'extrait renseigne aussi sur l'efficacité de la séparation.

b) Contrôle plus précis

On effectue au laboratoire, sur un échantillon du raffinat produit, un déparaffinage au solvant à une température qui permette d'obtenir sur le filtrat le point de congélation cherché (autrement on fait une correction) ; on mesure alors sur ce filtrat l'indice de viscosité ; cette manière de procéder peut s'appliquer dans tous les cas, mais elle est longue.

Une méthode plus rapide et aussi précise permet de prédire l'indice

EXTRACTION DES AROMATIQUES

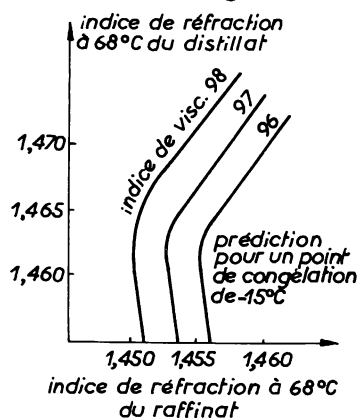
de viscosité qu'aura l'huile finie (pour un point de congélation donné), en comparant les indices de réfraction du distillat alimenté et du raffinat produit. Mais c'est une méthode expérimentale qui implique :

- La production des distillats à partir d'un seul brut et non d'un mélange de bruts en proportions variables.
- La constance de qualité du brut.
- Le maintien des mêmes procédés pour le déparaffinage et le traitement finisseur.

L'allure des courbes expérimentales est indiquée sur le graphique joint où figurent quelques chiffres à titre purement indicatif.

3. Changement de marche

Il y a changement de marche quand on veut produire un raffinat de caractéristiques différentes.



a) Changement des conditions opératoires. - La température d'extraction doit être augmentée dans deux cas :

La température d'extraction doit être augmentée dans deux cas :

- On veut produire un raffinat de meilleur indice de viscosité (avec le même point de congélation sur l'huile finie) à partir du même distillat.
- On veut produire un raffinat de même indice de viscosité à partir d'un distillat plus lourd ou plus paraffinique.

Dans le premier cas on ajuste le taux de solvant et on augmente la température.

Dans le deuxième cas on change d'abord le distillat alimenté et le taux de solvant avant d'augmenter la température d'extraction afin d'éviter la miscibilité totale.

On procède inversement si la température d'extraction doit être diminuée.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

b) Changement de réservoir de raffinat. - L'enchaînement du programme doit éviter les traitements successifs de deux distillats de viscosités trop différentes, ce qui entraînerait la production de raffinats intermédiaires irrécupérables pour les lubrifiants. Le moment où le réservoir dans lequel coule le raffinat sera changé, devra être soigneusement choisi en évitant principalement d'introduire les microcristaux d'un raffinat lourd dans un raffinat léger qui contient de gros cristaux, parce que cela gênerait considérablement la filtration au déparaffinage.

PROCEDES UTILISANT DEUX SOLVANTS

L'emploi de deux solvants, dont les propriétés sont en quelque sorte complémentaires, peut être avantageux malgré la légère complication qu'il apporte dans le système de récupération des solvants. Avec deux solvants à sa disposition, il est possible d'ajuster les proportions de chacun d'eux dans le mélange pour que le pouvoir solvant d'une part et la sélectivité d'autre part du bisolvant utilisé soient exactement adaptés à la matière première que l'on se propose de traiter.

Cette possibilité d'adaptation est intéressante car les raffineurs ne disposent en général que d'une seule unité de traitement par solvant pour raffiner toutes leurs qualités d'huiles. Or, il peut être avantageux de pouvoir disposer d'un bisolvant ajustable pour traiter tantôt du spindle, tantôt du bright stock.

Avant la guerre, le bisolvant SO_2 -benzène était employé dans plusieurs raffineries européennes. Le benzène, au grand pouvoir solvant, était associé au SO_2 , très sélectif, dans la proportion de 5 à 30 %. On disposait ainsi d'une variable supplémentaire qui venait s'ajouter aux possibilités que l'on avait déjà en modifiant la quantité de solvant et sa température.

Ce procédé est maintenant abandonné, mais il existe un bisolvant encore très répandu, c'est le duosol.

Procédé duosol

Les deux solvants utilisés sont d'une part le propane, d'autre part un mélange de crésol et de phénol qui a été baptisé "sélecto" par ses promoteurs.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

TABLEAU V ⁽¹⁾

Compartiment	Température	Constante V/g de l'huile
1	30	0,855
2	32	0,832
3	32	0,825
4	32	0,824
5	30	0,817
6	30	0,805
7	29	0,802
8	29	0,799
9	26	0,798

TABLEAU VI ⁽¹⁾

Solvant : pourcentage en poids par rapport à l'huile		Raffinat : pourcentage en volume	Raffinat déparaffiné		
Sélecto	Propane		Indice de viscosité	Carbone Conradson	Couleur Lovibond
			DISTILLAT COASTAL		
		100	20	2, 3	Noir
150	200	85	60	0, 72	90
150	400	77	58	0, 51	85
400	400	67	82	0, 10	17
600	400	60	83	0, 07	5
			RESIDU MIDCONTINENT		
		100	70	4, 3	Noir
100	200	86	84	1, 1	525
100	600	90	77	1, 0	260
300	200	74	96	0, 5	325
300	600	81	91	0, 5	165

(1) Dunstan et Brooks. The Science of Petroleum, vol. 3.

EXTRACTION DES AROMATIQUES

Le propane est un solvant désasphaltant, de sorte que le duosol peut traiter les résidus asphaltiques, les épurer et les désasphalter tout à la fois. Il a d'autre part l'avantage de permettre le traitement des huiles très épaisses et non déparaffinées, car il abaisse considérablement leur viscosité et il dissout de forts pourcentages de paraffine, ce qui conduit à opérer sans inconvénient à une température inférieure au point de congélation de l'huile si cela est nécessaire.

Le crésol a un bon pouvoir solvant et une grande sélectivité aux températures usuelles de traitement. On lui ajoute d'ailleurs du phénol pour réduire un peu son pouvoir solvant ; cela permet de travailler à des températures un peu plus élevées qui diminuent la viscosité du mélange et facilitent la décantation.

Une unité industrielle de duosol peut comporter de 6 à 9 stages de traitement. L'huile à raffiner est introduite à deux stages de la sortie après avoir été mélangée à une certaine quantité de bisolvant. Le propane est ajouté au stage 1 d'où on retire l'extraît, et le sélecto est introduit dans le dernier compartiment d'où sort le raffinat. On procède par contre-courant, le propane entraînant vers le compartiment 9 les produits les plus paraffiniques qui formeront la couche supérieure dans tous les décanteurs, tandis que le sélecto dissolvant les résines et aromatiques les maintient dans la couche inférieure qui est entraînée vers le compartiment n° 1 d'où ils sont éliminés comme extraît. Le tableau V ci-contre indique les progrès en viscosité gravité obtenus d'un compartiment à l'autre.

Le système de récupération des solvants par distillation ne diffère pas de ceux qui sont utilisés dans les autres procédés. Le duosol est très souple et peut donner des résultats très éloignés les uns des autres si l'on fait varier les conditions d'emploi du bisolvant. Le tableau VI ci-avant indique les caractéristiques obtenues par différents traitements duosol d'un distillat coastal et d'un résidu du mid continent. Dans tous les cas, le sélecto contenait 60 % de crésol et 40 % de phénol en volume.

Le procédé duosol, on le voit, peut être utilisé pour le raffinage d'huiles très diverses et même des résidus très asphaltiques. Beaucoup de raffineurs, dont nous sommes, préfèrent cependant opérer dans des unités séparées le désasphaltage au propane et ensuite l'extraction par solvant.

CHAPITRE XV

**PRÉCIPITATION DES PARAFFINES ET CIRES
DES COUPES LUBRIFIANTES
PAR LES SOLVANTS SÉLECTIFS**

Les huiles lubrifiantes de haute qualité se fabriquent à partir des pétroles bruts paraffiniques et il s'ensuit que les distillats que nous aurons à notre disposition pour cette préparation auront généralement des points de congélation très élevés.

Voici par exemple ceux des distillats sous vide pour lubrifiants obtenus à partir d'un pétrole brut du Proche-Orient (Koweit) :

TABLEAU I

Distillation sous vide	Viscosité Engler à 50 °C	Point de Congélation
A	2,10 °C	+ 24 °C
B	3,42 °C	+ 30 °C
C	6,24 °C	+ 36 °C
D	13,79 °C	+ 39 °C

Comme les lubrifiants que nous voulons préparer à partir de ces distillats matière première doivent être utilisables en toute saison, c'est-à-dire être encore bien fluides en hiver par des températures inférieures à - 10° ou - 15 °C, on voit qu'il sera nécessaire d'éliminer des distillats tous les hydrocarbures à points de congélation supérieurs à une température assez basse qu'on se sera fixée à l'avance (- 20 °C par exemple).

Cette élimination se fait au cours de l'opération appelée déparaffinage.

DEPARAFFINAGE

Anciens procédés

Jusque vers les années 1940, les distillats pour lubrifiants étaient divisés en deux : les distillats légers qui contenaient de la paraffine bien cristallisée de longueur > 4 microns en moyenne d'une part et les distillats lourds d'autre part, contenant de la paraffine dite microcristalline, parce que les cristaux étaient très petits et toujours inférieurs dans leur plus grande dimension à 4 microns.

Les distillats légers étaient déparaffinés par simple filtration à froid et on procédait de la manière suivante : une quantité suffisante de gas-oil lourd était laissée dans la matière première de façon que sa viscosité ne soit pas trop élevée aux températures de filtration et permette à l'huile de s'écouler à une vitesse raisonnable à travers les toiles de filtre-presse. Le mélange à déparaffiner était pratiquement réglé à une viscosité comprise entre $1,5^{\circ}\text{C}$ et $1,8^{\circ}\text{C}$ Engler à 50°C et il était refroidi à $- 20^{\circ}\text{C}$.

A cette température, le mélange très pâteux était pompé sous une pression de 10 à 25 hpz dans les filtres-presses comportant une centaine de plateaux chacun. L'alimentation se faisait par le centre et l'huile filtrait à travers les toiles de coton qui garnissaient les plateaux en abandonnant sa paraffine.

Au bout d'un certain temps de passage, la filtration s'arrêtait car l'espace compris entre les plateaux se trouvait rempli d'un mélange assez dur de paraffine et d'huile dénommé "Gatsch".

On desserrait alors les plateaux du filtre et le gatsch tombait par gravité dans des trémies d'où il était repris par des vis sans fin avant d'être recristallisé et filtré à plus haute température pour concentrer la paraffine brute.

Cette paraffine brute était "ressuée" dans des étuves dont on élevait lentement la température (1° toutes les 2 heures par exemple). Il se produisait alors une fusion fractionnée et les parties huileuses qui accompagnaient la paraffine étaient ainsi éliminées les premières pour ne laisser finalement qu'une masse bien cristallisée, dont les points de fusion s'étagaient entre 50° et 60°C environ.

Quant à l'huile déparaffinée, elle était redistillée pour en chasser le gas-oil lourd, qui avait facilité sa filtration à froid, et on constatait que son point de congélation était alors d'environ $- 12^{\circ}\text{C}$.

DEPARAFFINAGE

Le déparaffinage des distillats lourds devait s'opérer d'une tout autre manière car les paraffines qu'ils contenaient étaient trop mal cristallisées pour être retenues par les toiles de filtres-presses. On diluait ce distillat par un solvant, qui était une coupe d'essence légère ou du trichloréthylène. La solution était refroidie à -35° . A cette température, la paraffine précipitait et on la séparait de la solution par centrifugation.

La solution d'huile déparaffinée était ensuite débarrassée du solvant par distillation et finalement l'huile obtenue avait un point de congélation de l'ordre de -15°C .

Inconvénients des anciens procédés

a) Ils n'étaient pas très efficaces. En effet, dans le premier cas on refroidissait à -20° pour obtenir des huiles légères de point de congélation -12° et dans le second les solutions, qui représentaient 3 fois le volume d'huile à déparaffiner, étaient refroidies à -35°C pour conduire finalement à des huiles lourdes de point de congélation -15°C . Le "différentiel de température" était considérable.

b) Ils étaient chers pour les raisons suivantes : Les frais appliqués à la filtration à froid des distillats légers s'appliquaient en réalité à un volume double des hydrocarbures à déparaffiner puisqu'il fallait les diluer par un volume égal de gas-oil. A ces frais de réfrigération et de pressage, qui finalement étaient entièrement supportés par l'huile lubrifiante, il fallait ajouter ceux de la distillation sous vide nécessaire pour séparer après coup le gas-oil de mélange.

La séparation des paraffines par centrifugation de la solution refroidie, dans le cas des distillats lourds, était la cause de pertes de solvant très importantes. Malgré l'étanchéité relative des centrifuges, on ne perdait pas moins de 2 ou 3 % du solvant mis en œuvre à chaque opération.

c) Ils obligeaient à une opération supplémentaire de distillation sous vide qui n'était pas sans altérer quelque peu la qualité des huiles car cette distillation sous vide, si soigneusement conduite qu'elle pouvait être, s'accompagnait généralement d'un peu de cracking des huiles les plus lourdes.

Cette redistillation sous vide était nécessaire pour obtenir les différentes qualités d'huile correspondant aux besoins du marché, alors qu'il avait été nécessaire de grouper auparavant les distillats

DEPARAFFINAGE

légers d'une part et les distillats lourds d'autre part, pour les déparaffiner par les méthodes convenables à chacun d'eux.

Recherches d'amélioration du déparaffinage

On a donc recherché une méthode de déparaffinage :

a) Qui donnerait aux huiles déparaffinées des points de congélation plus rapprochés des températures auxquelles on opérerait (différentiel de température plus faible) ;

b) Qui serait moins onéreuse et par conséquent ne devrait pas employer la centrifugation pour la séparation des paraffines des huiles lourdes ;

c) Qui serait applicable successivement à toutes les coupes obtenues au cours de la première distillation sous vide afin d'éviter la redistillation d'huiles à laquelle conduisaient les anciennes méthodes.

Il apparaissait bien que l'emploi de solvants sélectifs devait être capable de conduire à ces résultats. Depuis longtemps d'ailleurs les solvants étaient utilisés dans les laboratoires pour le déparaffinage des huiles. L'auteur de ces lignes se souvient avoir fait une étude en 1925 sur la qualité des lubrifiants qu'il était possible de préparer à partir des pétroles bruts iraniens et toutes les huiles préparées au laboratoire avaient été déparaffinées à la méthyl éthyl cétone.

La première installation industrielle de déparaffinage par les solvants autres que l'essence date de 1927. C'est la Société Indian Refining Co. aux U. S. A. qui mit en route à ce moment-là une unité de déparaffinage utilisant un mélange d'acétone et de benzol, suivant les conseils de son ingénieur F. X. Govers.

Quelles sont donc les qualités que doit avoir un bon solvant de déparaffinage (1) ?

Choix du solvant sélectif

Le solvant idéal devrait dissoudre l'huile et précipiter toute la

(1) Nous avons utilisé pour la rédaction de la suite de ce chapitre des notes que nous a communiquées M. Albin Treil, ingénieur du déparaffinage à la raffinerie de Dunkerque.

DEPARAFFINAGE

paraffine. D'autre part, cette dernière, en précipitant, devrait se constituer en un réseau de cristaux pas trop serré pour permettre la filtration de l'huile à travers ce réseau. Sans cela, nous serions obligés, comme autrefois avec l'essence, de faire appel à la centrifugation.

Certains solvants chlorés et le propane répondent dans une certaine mesure à ces conditions et sont employés par quelques raffineries, mais il a été possible d'obtenir, par l'association de 2 solvants, des résultats se rapprochant davantage de l'idéal défini ci-dessus.

Le benzène et le toluène sont d'excellents solvants de l'huile, mais ils ont un assez bon pouvoir solvant aussi pour la paraffine. En les utilisant seuls, on aurait donc un différentiel de température très élevé et, de plus, on constaterait que la paraffine cristallise en un réseau très serré qui ne permet pas la filtration.

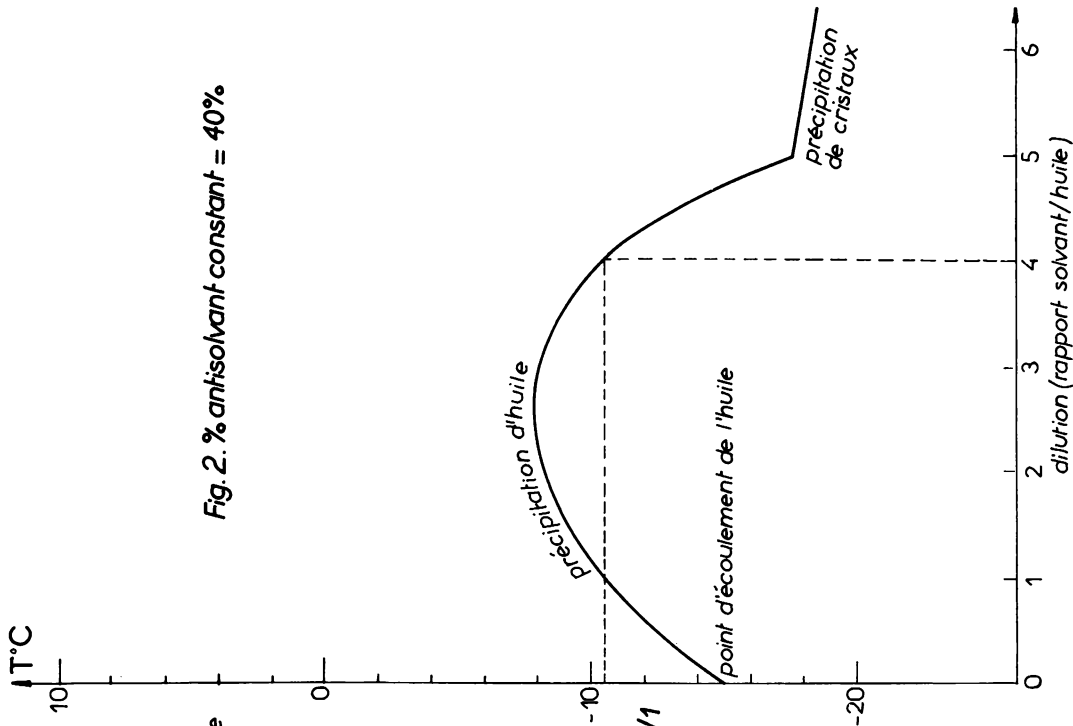
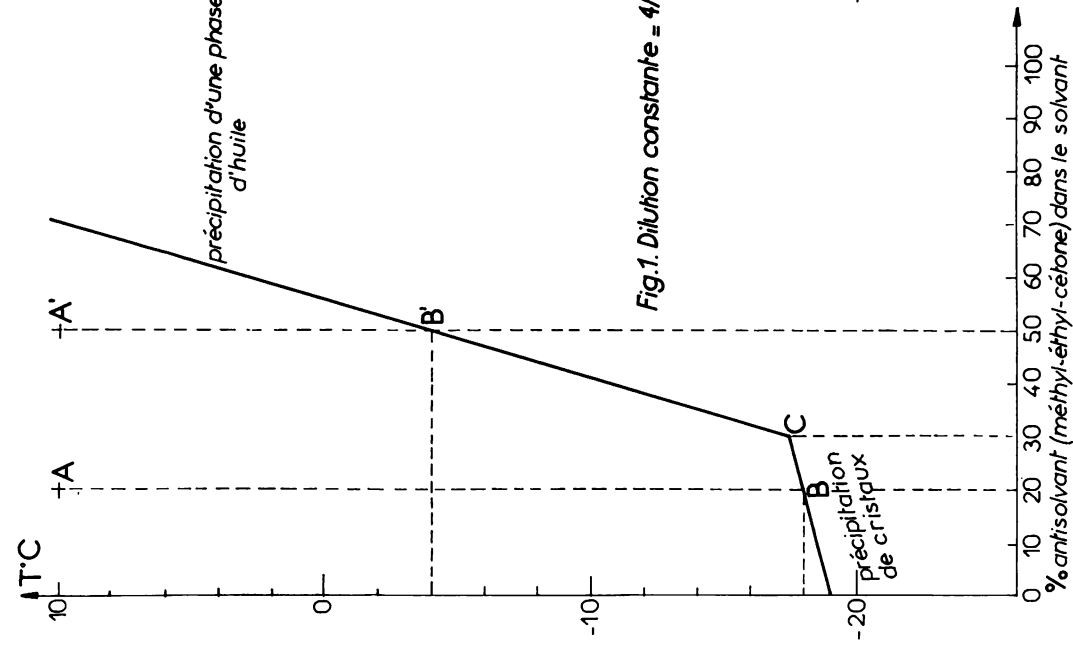
L'acétone et les cétones supérieures (méthyl-éthyl-cétone, méthyl-propyl-cétone) au contraire ne dissolvent pas très bien l'huile, mais elles précipitent très bien la paraffine et la cristallisation de celle-ci donne un réseau qui se prête très bien à la filtration et qui retient un peu d'huile dans ses mailles. On appelle ces corps des anti-solvants, car en mélange ils viennent atténuer les propriétés solvantes de corps comme le toluène.

En mélangeant ces 2 catégories de solvants dans des proportions convenables, on peut se rapprocher du solvant idéal. Le mélange le plus utilisé est celui du toluène et de la méthyl-éthyl-cétone.

Cas particulier des bisolvants

Il semble qu'on ait intérêt à avoir un solvant très riche en anti-solvant, de façon que le différentiel de température soit faible et la filtration facile. Mais on ne peut pas augmenter indéfiniment la proportion d'anti-solvant, sinon on se heurte au phénomène dit de séparation des phases.

Pour une trop forte concentration en anti-solvant, une phase huile précipite en effet. Elle est constituée par des hydrocarbures qui, sans être de la paraffine, ne sont pas solubles à froid dans l'anti-solvant. Le rendement en huile déparaffinée serait donc considérablement diminué et la paraffine serait associée à une proportion d'huile très importante. C'est donc à éviter.



DEPARAFFINAGE

Pour déterminer la concentration limite en antisolvant que peut supporter une huile déterminée, on opère de la façon suivante : l'huile étudiée est d'abord déparaffinée au point d'écoulement cherché, par exemple - 15°C. Cette huile déparaffinée est mélangée en proportion constante (par exemple 4 volumes de solvant pour 1 volume d'huile) à un solvant de composition variable. Pour chaque composition du solvant, on refroidit le mélange huile + solvant et on note la température à laquelle apparaît une deuxième phase.

Deux cas peuvent se présenter (voir figure 1) :

1. Faible proportion d'antisolvant : 20 % - partant d'une température de 10°C (point A), on refroidit le mélange. On constate qu'à - 18°C (point B), il apparaît des cristaux.

2. Forte proportion d'antisolvant : 50 % - partant du point A', on constate qu'à - 4°C (point B'), il apparaît une deuxième phase huile.

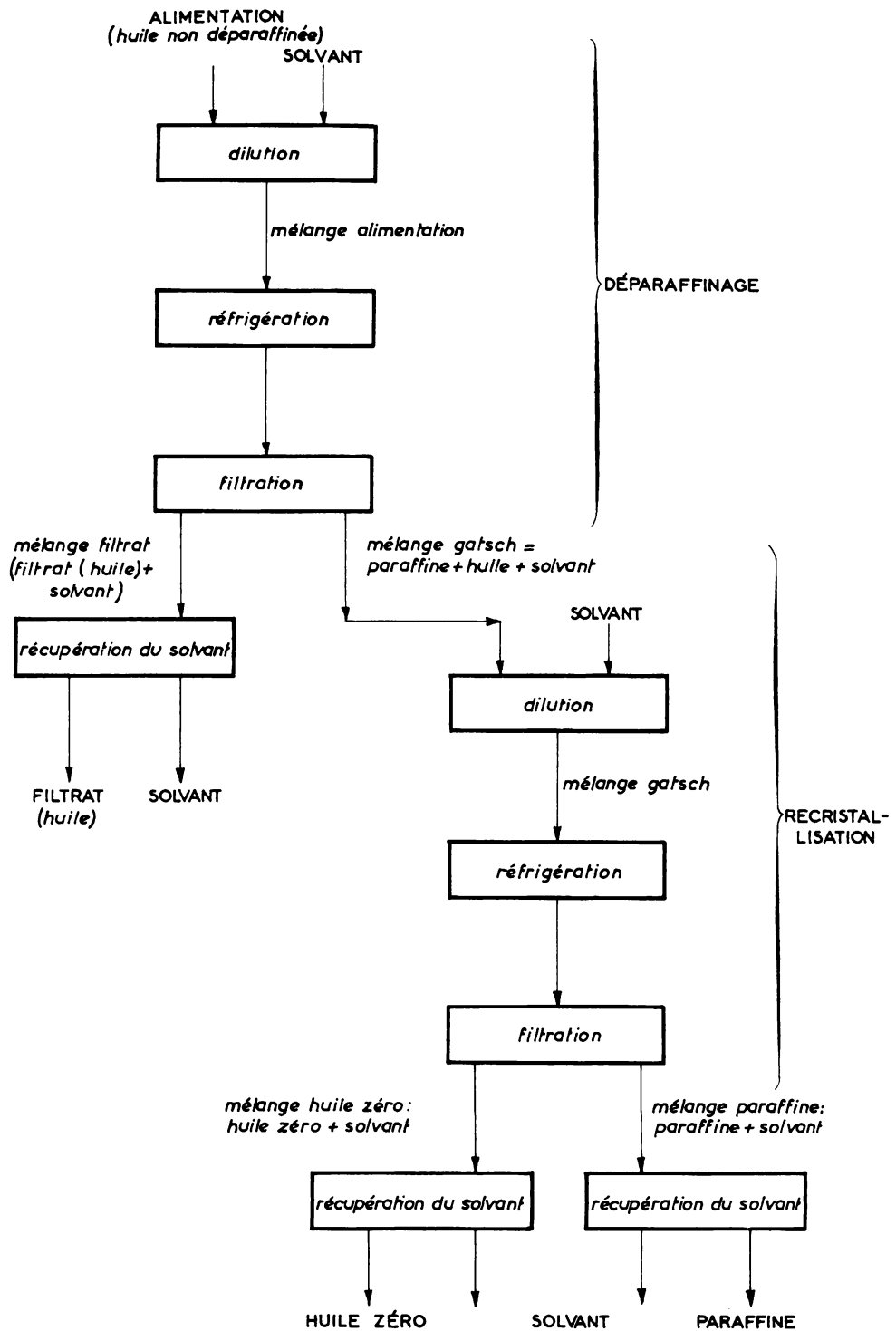
Pour les diverses teneurs en antisolvant, les points B et B' se répartissent sur deux segments de droite qui se coupent en C. La teneur en antisolvant correspondant au point C (ici 30 %) donne le maximum que l'on peut tolérer sans avoir de séparation de phases (apparition d'une deuxième phase huile au lieu de cristaux de paraffine).

Pour chaque dilution (rapport solvant/huile), on peut tracer une courbe semblable à celle décrite ci-dessous. On peut aussi opérer à composition du solvant constante et à taux de dilution variable. Les températures d'apparition d'une deuxième phase (huile ou cristaux) se placeront sur une courbe représentée figure 2. Cette courbe montre que la séparation de phase, quand elle a lieu, disparaît quand la dilution dépasse une certaine valeur. Il semble donc que les propriétés "solvantes" du solvant finissent par l'emporter sur ses propriétés "antisolvantes".

Variations du différentiel de température

Les nombreux essais faits en vue de réduire le différentiel de température montrent que, malheureusement, celui-ci ne dépend pas uniquement du solvant et de ses conditions d'emploi, mais aussi du point de congélation que l'on désire obtenir pour l'huile déparaffinée et de la nature de celle-ci. La proportion de solvant employée n'a ici pas grande influence.

Le différentiel augmente en effet quand le point de congélation de l'huile déparaffinée diminue. Ceci montre que la solubilité de la paraffine dans le mélange huile + solvant diminue moins rapidement avec la température que l'effet que peut avoir sur le point de congélation de l'huile déparaffinée la quantité de paraffine indésirable qui y reste.



DEPARAFFINAGE

Plus l'huile à déparaffiner a un indice de viscosité élevé, plus le différentiel sera élevé. Cela tient à ce que cette huile contient surtout des hydrocarbures paraffiniques et naphténiques à chaînes latérales paraffiniques qui ne sont pas de bons solvants des paraffines à haut point de congélation. Les huiles à indice de viscosité inférieur contiennent davantage d'hydrocarbures aromatiques et naphténiques qui dissolvent mieux les paraffines et retardent par conséquent leur cristallisation.

Avec les huiles à indice de viscosité inférieur, on peut donc tolérer dans l'huile déparaffinée une quantité de paraffine un peu plus grande, à point de congélation égal, ce qui permet de les déparaffiner à une température plus élevée.

La proportion de solvant n'a pas grande influence sur le différentiel de température. En effet par unité de volume la solubilité de la paraffine diminue quand augmente la proportion de solvant de déparaffinage. Mais cette diminution est contrebalancée par l'augmentation du volume total ; si bien que par rapport à l'huile déparaffinée la quantité de paraffine dissoute reste pratiquement la même.

Ces considérations nous ayant aidés à choisir le solvant qui convient le mieux à la nature de nos matières premières à déparaffiner, nous allons supposer dans ce qui suit que nous avons choisi comme solvant un mélange de méthyl-éthyl-cétone et de toluène.

Conditions d'emploi des solvants pour le déparaffinage

On trouvera ci-contre un schéma de principe des diverses opérations effectuées pour le déparaffinage et, dès à présent, nous définirons quelques termes employés couramment par les techniciens des raffineries et que nous utiliserons quelquefois dans les pages qui vont suivre :

Alimentation.....	Huile à déparaffiner entrant dans l'unité ;
Mélange alimentation .	Mélange de l'huile à déparaffiner et du solvant;
Filtrat ou huile	Huile déparaffinée ;
Mélange filtrat.....	Mélange d'huile déparaffinée et de solvant obtenu à la sortie des filtres ;
Mélange de gatsch	Mélange de paraffine huileuse et de solvant retenu dans le filtre ;
Gatsch	Paraffine huileuse après que le solvant qui l'accompagne a été chassé par distillation ;
Grade	Chacune des matières premières à huile est d'un "grade" différent. Chaque grade a une

DEPARAFFINAGE

viscosité et une teneur en paraffine particulière. Les raffineurs appellent par exemple une matière première bien visqueuse un grade lourd.

Nous allons maintenant examiner les conditions d'emploi de notre bisolvant de manière à obtenir le point d'écoulement fixé à l'avance pour nos filtrats avec le meilleur rendement et le moins de frais possible.

Les facteurs sur lesquels nous pouvons agir sont les suivants :

1. - Les proportions des 2 solvants dans notre bisolvant
2. - La dilution totale (proportion de bisolvant par rapport à l'huile à déparaffiner)
3. - La façon d'effectuer cette dilution
4. - Le refroidissement du mélange d'alimentation
5. - Le lavage du gâteau de mélange de gatsch
6. - Le réglage des filtres.

Voyons donc comment nous serons amenés à opérer pour faire intervenir au mieux chacun de ces facteurs.

1. - Proportions des 2 solvants dans notre bisolvant

Le réglage des proportions des 2 solvants s'effectue par la méthode que nous avons indiquée plus haut (cas particulier des bisolvants) et pratiquement on règle la composition du solvant en fonction du grade le plus lourd qui sera à passer dans l'unité de déparaffinage.

En effet, c'est la même unité qui est employée pour tous les grades et, comme il serait très difficile de changer la composition du bisolvant à chaque fois qu'on change de matière première, le laboratoire fait ses essais de proportions sur le bright stock.

On sait, par expérience, que la composition de solvant convenable pour le grade le plus lourd ne peut conduire à des séparations de phase avec des grades plus légers aux températures usuelles de déparaffinage. Tout au plus pourra-t-on observer que la proportion d'antisolvant pour ces grades n'est pas exactement celle qui conduit au différentiel de température le plus faible.

2. - Dilution totale

Le solvant sert à deux fins : précipiter la paraffine et diminuer la viscosité du produit à filtrer afin d'obtenir une vitesse de passage convenable. Il y a une dilution optimale à trouver pour chaque grade et l'expérience montre que la dilution doit être d'autant plus grande que la viscosité de l'huile à déparaffiner est plus grande.

C'est par des essais contrôlés, au moins sur les grades extrêmes, que les dilutions optimales seront déterminées.

3. - Méthode de dilution

La cristallisation de la paraffine au sein du mélange d'huile et de solvant est une affaire assez délicate et elle dépend beaucoup de la façon dont on mélange le solvant et l'huile à déparaffiner.

Plusieurs méthodes peuvent être envisagées :

a) Tout le solvant (sauf celui qui sera utilisé pour le lavage du gâteau) est mélangé avec l'huile avant le refroidissement. La cristallisation est la meilleure puisqu'elle se fait dans un milieu fluide et en présence de l'anti-solvant.

La vitesse de filtration sera bonne. Par contre, le réseau cristallin retiendra beaucoup d'huile dans ses mailles. Il sera d'ailleurs assez facile d'enlever l'huile par un lavage du gâteau avec du solvant.

b) L'huile est refroidie jusqu'à la température de filtration et le solvant est ajouté à ce moment-là. On trouve que, dans ces conditions, le gâteau retient très peu d'huile et que le rendement en huile déparaffinée est par conséquent meilleur. Malheureusement, la vitesse de filtration est beaucoup plus faible que dans le premier cas et les surfaces filtrantes sont toujours limitées.

c) On peut adopter un compromis entre ces 2 extrêmes en faisant une double dilution. L'alimentation est mélangée avec une partie seulement du solvant (première dilution). Elle est refroidie et le reste du solvant n'est ajouté qu'une fois la température de filtration atteinte (deuxième dilution). Les résultats sur la vitesse de filtration et sur le rendement sont intermédiaires entre ceux obtenus plus haut. On peut les résumer en disant que, si nous opérons à dilution totale constante et que l'on pousse la première dilution aux dépens de la deuxième :

DEPARAFFINAGE

La vitesse de filtration croît
Le rendement décroît
Le produit vitesse de filtration par rendement croît
La quantité d'huile retenue par le gâteau de paraffine croît.

d) Dilution fractionnée (incremental dilution). On peut envisager d'ajouter le solvant par fractions successives au cours du refroidissement, chaque fraction étant refroidie à la température du mélange alimentation au point d'injection. Ce procédé donne d'excellents résultats en favorisant une bonne cristallisation de la paraffine, mais il conduit à une complication du matériel et de son usage qu'on n'a pas encore réalisé industriellement à notre connaissance.

4. - Refroidissement du mélange d'alimentation

Le refroidissement doit être assez lent pour permettre aux cristaux d'avoir le temps de grossir, ce qui est nécessaire pour obtenir une bonne séparation par filtration. Il ne doit cependant pas être trop lent, car à partir d'un certain temps on ne gagne plus rien.

Pratiquement, on met 15 minutes à refroidir la solution de + 40°C à - 20°C et on prend soin d'agiter pendant le refroidissement ; cela favorise la cristallisation.

Un point qu'il est bon de signaler, c'est que le mélange d'alimentation doit être parfaitement homogène avant son refroidissement. Ceci amène à chauffer l'huile à déparaffiner et le solvant pendant la confection du mélange qui doit être soigneusement agité et contrôlé. On s'assurera en particulier que tous les cristaux de paraffine sont bien fondus dans le mélange. Autrement ils feraient office de germes pendant le refroidissement avec le solvant et risqueraient d'orienter la cristallisation vers une forme défavorable.

5. - Lavage du gâteau de mélange de gatsch

On fait ce lavage au solvant pour augmenter le rendement en huile déparaffinée et pour déshuiler la paraffine. Le réseau de paraffine retient en effet beaucoup d'huile dans ses mailles.

L'effet de ce lavage dépend beaucoup de la répartition du solvant entre la première et la deuxième dilution. Comme nous l'avons dit, la première dilution favorise la filtration et le lavage du gâteau, mais celui-ci retient davantage d'huile dans ses mailles. La deuxième

dilution a un effet contraire. C'est par des expériences successives qu'on déterminera la répartition optimale entre ces 2 dilutions.

6. - Réglage des filtres

1) Description d'un filtre

Nous allons ici empiéter sur la partie suivante et décrire les filtres rotatifs sous vide qui sont très généralement employés. La figure 3 représente un de ces filtres.

Le filtre comporte un tambour rotatif, qui est divisé en un certain nombre de panneaux filtrants. Des conduits à l'intérieur du tambour recueillent le liquide aspiré à travers les panneaux et débouchent sur une plaque percée d'une couronne de trous (un trou par panneau). Cette plaque tourne avec le tambour contre une plaque fixe percée de 2 ouvertures par où on peut faire le vide. L'alimentation est admise par le fond de la cuve et un niveau y est maintenu.

Prenons un panneau au moment où il rentre dans le liquide. Il est alors relié à l'aspiration sous vide, il y a filtration et un gâteau se dépose sur le panneau. Ceci continue tant que le panneau est dans le liquide. A la sortie, le panneau est relié à la deuxième aspiration sous vide tandis qu'une série de rampes l'arrosent avec du solvant : c'est le lavage. Après le lavage, le panneau est mis en communication avec une arrivée de gaz sous pression : c'est le soufflage qui décolle le gâteau. Celui-ci est enfin enlevé par un couteau et tombe dans une vis sans fin qui l'évacue, et le cycle recommence.

2) Réglages

a) But à atteindre. - Le principal réglage est celui de l'épaisseur du gâteau. En effet, le gâteau doit être suffisamment épais pour pouvoir être enlevé par le couteau. D'un autre côté, un gâteau trop épais se lave mal et retient beaucoup d'huile. Une épaisseur de 5 à 6 mm semble être le maximum admissible pratiquement.

Les 2 principaux facteurs sur lesquels on peut agir sont la vitesse du tambour et la submergence (niveau du liquide dans la cuve du filtre). On exprime la submergence en pour-cents de la surface totale du tambour immergé dans le liquide.

b) Expression de la quantité filtrée. - Soit :

- S la surface totale du filtre
- a la submergence (définie ci-dessus)

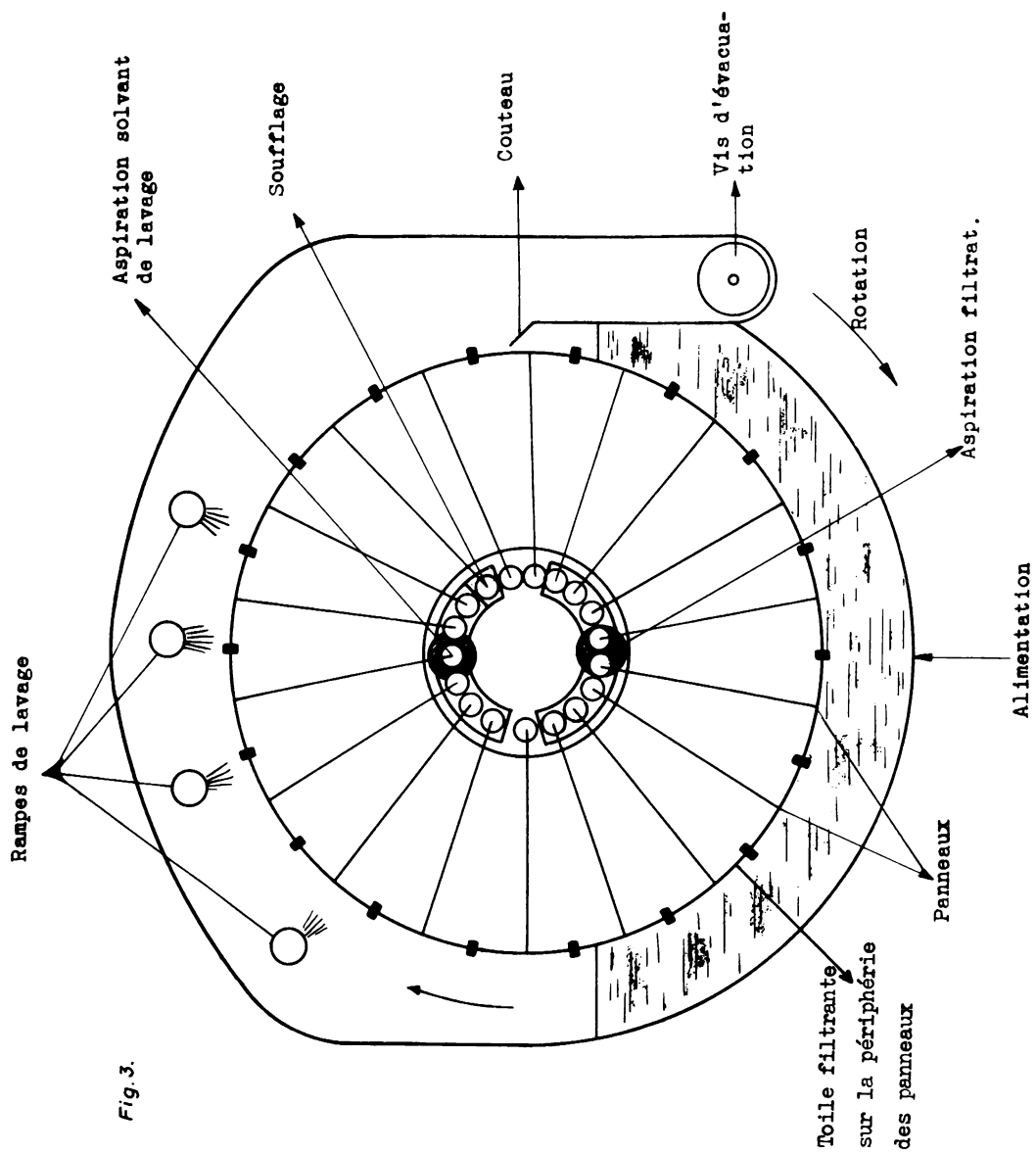


Fig. 3.

DEPARAFFINAGE

- V la vitesse de rotation du filtre (nombre de tours en 1 seconde)
 q q (t) la quantité de liquide filtrée par unité de surface et pendant le temps t
 Q la quantité totale filtrée en 1 seconde, pour l'ensemble du filtre
 e l'épaisseur du gâteau.

On peut admettre en première approximation que la vitesse de filtration est inversement proportionnelle à l'épaisseur du gâteau (ce n'est pas tout à fait exact car cette vitesse dépend du tassement du gâteau et d'autres facteurs). On a donc :

$$\frac{dq}{dt} = \frac{k_1}{e}$$

Mais e est proportionnelle à q : $e = k_2 q$, d'où :

$$\frac{dq}{dt} = \frac{k_3}{q}$$

soit :

$$q \, dq = k_3 \, dt$$

et enfin :

$$q = k \sqrt{t} \qquad e = k' \sqrt{t}$$

Le tambour fait V tours en 1 seconde, donc chaque tour dure $1/V$ seconde et chaque panneau reste a/V seconde dans le liquide. On a donc au bout de cette période :

$$q = k \sqrt{\frac{a}{V}} \qquad e = k' \sqrt{\frac{a}{V}}$$

Pour l'ensemble du filtre en 1 seconde on aura :

$$Q = S \cdot V \cdot q = k \cdot S \cdot V \cdot \sqrt{\frac{a}{V}} = k \cdot S \cdot \sqrt{a V}$$

c) Résultats. - On voit d'abord que si l'on augmente la vitesse sans toucher à la submergence on augmentera la quantité filtrée en un temps donné. Ceci permet donc de régler les filtres en fonction du tonnage alimenté.

DEPARAFFINAGE

Supposons maintenant que l'on veuille modifier l'épaisseur du gâteau : e devient $e' = x e$, a et V deviennent a' et V' tels que : $e' = x e$, soit :

$$k \sqrt{\frac{a'}{V'}} = x k' \sqrt{\frac{a}{V}}$$

$Q' = Q$, soit :

$$k S \sqrt{a' V'} = k S \sqrt{a V}$$

soit : $a V = a' V'$ et $\frac{a'}{V'} = x^2 \frac{a}{V}$, d'où enfin :

$$a' = x a \text{ et } V' = \frac{V}{x}$$

Il faut donc agir à la fois sur la submergence et sur la vitesse du filtre.

d) Pratiquement. - Il est aisé de faire varier la vitesse de rotation des filtres, mais il est plus délicat de faire varier la submergence, variation qui doit s'accompagner théoriquement d'une variation du nombre de panneaux reliés à l'aspiration filtrat. En général, on se contente de régler la vitesse des filtres suivant la quantité de produit à filtrer, en admettant des variations sur l'épaisseur du gâteau, pourvu qu'elle reste dans les limites admises.

e) Recirculation. - On peut malgré tout, sans modifier la submergence des filtres, régler l'épaisseur du gâteau en renvoyant une partie du liquide filtré dans l'alimentation des filtres. On modifie ainsi le rapport solide/liquide et les filtres devront tourner plus vite pour une même quantité de solide à déposer.

Ce procédé n'est pas très logique, car il oblige à filtrer 2 fois une certaine quantité de liquide et on surcharge ainsi les filtres.

DESCRIPTION D'UNE UNITE DE DEPARAFFINAGE PAR SOLVANT METHYL-ETHYL-CETONE/TOLUENE

Se reporter au schéma, à la fin du chapitre.

DEPARAFFINAGE

1. - Préparation de la charge

a) Première dilution

L'alimentation est pompée à partir des bacs de stockage par la pompe P. 1. Du solvant est pompé par la pompe P. 2 à partir des ballons de stockage de solvant de l'unité et il est mélangé dans l'alimentation : c'est la première dilution. Le mélange passe ensuite dans 2 échangeurs E. 1 et E. 2, il est réchauffé dans le premier (pour fondre les cristaux) et refroidi à l'eau dans le second.

b) Refroidissement

Le mélange passe ensuite dans les appareils refroidisseurs E. 3 et E. 4. Ces appareils, encore appelés "chillers", sont d'un type spécial. Ils sont constitués d'un ensemble de tubes à double enveloppe. Dans les tubes internes passe le mélange à refroidir et ces tubes sont munis d'arbres portant des raclettes qui, en tournant, décollent la paraffine qui se dépose sur les parois des tubes. Dans les tubes externes circule le fluide réfrigérant : dans E. 3 c'est du filtrat venant des filtres et dans E. 4 c'est de l'ammoniac liquide qui se vaporise. Le mélange sort de E. 4 à la température de filtration et est envoyé dans un ballon B. 1.

c) Deuxième dilution

La deuxième dilution n'est pas indiquée sur le schéma. Elle se fait avec du solvant refroidi à la température de filtration et peut être injectée soit entre E. 3 et E. 4, soit à la sortie de E. 4.

2. - Filtration

Du ballon B. 1, le mélange est envoyé dans les filtres F ; nous avons déjà décrit ces filtres.

Le mélange filtrat + solvant arrive dans un ballon B. 2 qui est sous vide, il est repris par la pompe P. 3, passe dans E. 3 où il refroidit la charge et il est envoyé dans un ballon B. 3.

Le mélange gatsch + solvant, déposé sur le filtre, tombe dans la vis d'évacuation. Il est repris par la pompe P. 4, réchauffé et fondu dans les échangeurs E. 5 et E. 6 et envoyé dans le ballon B. 4.

DEPARAFFINAGE

Le solvant de lavage du gâteau est pompé par la pompe P. 5, refroidi d'abord dans E. 5 par le gatsch, puis dans E. 7 par de l'ammoniac liquide, et envoyé aux filtres. C'est ce solvant qui sert aussi pour la deuxième dilution.

3. - Récupération du solvant

a) Dans le filtrat

Du ballon B. 3, le mélange filtrat + solvant est repris par la pompe P. 12 et passe dans l'échangeur E. 8 où il est réchauffé par des vapeurs de solvant puis dans l'échangeur par mélange E. 9, où il est encore réchauffé par des vapeurs de solvant. Le tout passe ensuite dans la partie médiane de la tour T. 1, où il y a détente et vaporisation. Le solvant vaporisé est condensé et refroidi dans les échangeurs E. 8 et E. 10 et va dans la partie inférieure de la tour T. 1.

Le filtrat et le solvant de la tour T. 1 sont repris par la pompe P. 6, chauffés dans le four C. 1 et envoyés dans la partie supérieure de la tour T. 1. Le solvant distillé va dans E. 9 réchauffer l'alimentation de T. 1, le filtrat et le solvant résiduel sont envoyés dans le stripper T. 2 où les dernières traces de solvant sont strippées à la vapeur. Le filtrat est repris par la pompe P. 7, refroidi dans E. 11 et envoyé au stockage.

Les vapeurs d'eau et de solvant, qui partent en tête de T. 2, sont condensées dans E. 12 et envoyées dans B. 4.

b) Dans le gatsch

De B. 4, le mélange est pris par la pompe P. 8, réchauffé dans l'échangeur E. 13 par le gatsch allant au stockage, puis dans le four C. 2. Il va ensuite dans la partie supérieure de la tour T. 3 où le solvant est distillé. Ce solvant est condensé dans E. 14 et va dans la partie inférieure de T. 1. Le gatsch passe ensuite dans la partie inférieure de la tour T. 3 où le solvant restant est strippé à la vapeur. Le gatsch est repris par la pompe P. 9, refroidi dans E. 13 et envoyé au stockage.

Les vapeurs d'eau et de solvant, qui partent de la tête du stripper, sont réunies à celles venant de T. 2.

DEPARAFFINAGE

4. - Elimination d'eau . Solvant sec . Solvant humide

Le ballon B. 4 sert également de décanteur pour le mélange eau + solvant qui vient des strippers. Ce mélange décante en 2 couches.

a) La couche inférieure est riche en eau (1 à 2 % de solvant). Elle est reprise par la pompe P. 10 et envoyée dans la tour T. 4 où elle est distillée avec injection de vapeur. Au fond de la tour, sort de l'eau pure qui est envoyée à l'égout. En tête de la tour sort un azéotrope (bouillant vers 80°C), qui est condensé dans E. 14 et renvoyé dans B. 4.

b) La couche supérieure, riche en solvant et contenant 1 à 2 % d'eau, se rassemble avec le mélange paraffine + solvant. On voit donc que le solvant, qui sera évaporé dans T. 3, contiendra un peu d'eau : c'est le solvant humide. Il est envoyé dans le bas de la partie inférieure de T. 1, qui sert de stockage de solvant. C'est ce solvant humide qui est repris par P. 2 pour la première dilution.

Au cours du refroidissement, cette eau se congèle et se retrouvera sur les filtres avec le gatsch. Elle aboutira finalement dans B. 4. On voit donc qu'il y a une certaine quantité d'eau qui circule en rond dans l'unité.

c) Solvant sec. - Au contraire, le solvant qui provient du mélange filtrat ne contient pas d'eau : c'est le solvant sec (en fait, il contient la quantité d'eau soluble dans le solvant à la température de filtration, soit 0,2 à 0,3 %). Ce solvant sec sera utilisé pour la deuxième dilution et le lavage. En effet, il doit être refroidi à la température de filtration. On ne peut utiliser du solvant humide car l'eau en se congelant boucherait les appareils E. 5 et E. 7. La formation de glace dans les appareils E. 3 et E. 4 n'est pas gênante car ils sont munis de racleurs.

Le solvant sec provenant de T. 1 est envoyé dans la partie supérieure du bas de T. 1. S'il y en a trop, il déborde dans le solvant humide qui est en dessous, ce qui n'est pas gênant.

5. - Recristallisation de la paraffine

Lors de la filtration, le gatsch obtenu contient encore beaucoup d'huile (jusqu'à 30 %). Pour éliminer cette huile, on effectue une recristallisation du gatsch (non représentée sur le schéma).

DEPARAFFINAGE

Le mélange gatsch + solvant (B. 4) est repris par une pompe, mélangé avec du solvant supplémentaire et refroidi dans des appareils semblables à E. 3 - E. 4 (le solvant supplémentaire peut être ajouté en première ou deuxième dilution). Le mélange n'est refroidi que vers 0°C à 10°C au lieu de - 15°C à - 25°C en déparaffinage. Il est ensuite filtré. Le filtrat est appelé huile zéro et n'a pas d'utilisation. Le gâteau est constitué par de la paraffine correctement déshuilée (0,5 % d'huile). Le solvant de l'huile zéro et de la paraffine est récupéré d'une façon analogue à celle décrite ci-dessus.

6. - Circuits annexes

a) Centrale frigorifique

L'ammoniac vaporisé dans les différents appareils refroidisseurs (à une pression de l'ordre de 1 kg/cm² absolu, ce qui correspond à une température de - 34 °C) est aspiré par des compresseurs. Ceux-ci compriment l'ammoniac jusqu'à une pression telle que celui-ci puisse être condensé par de l'eau, soit 10 à 13 kg/cm² suivant la température de l'eau employée. Après condensation l'ammoniac liquide est envoyé dans un ballon, d'où il repart se détendre vers les appareils refroidisseurs.

Les compresseurs utilisés sont soit des compresseurs alternatifs, souvent à 2 étages, soit des compresseurs centrifuges.

b) Circuit de gaz inerte

Le solvant méthyl éthyl cétone + toluène est très inflammable et dangereux. Aussi, toutes les capacités contenant du solvant, notamment les filtres et le ballon récepteur de filtrat (B. 2), sont-ils placés sous atmosphère de gaz inerte (obtenu en brûlant du propane avec juste la quantité d'oxygène nécessaire).

Une pompe à vide P. 11 aspire le gaz inerte du ciel du ballon B. 2, créant ainsi à l'intérieur des filtres le vide nécessaire à la filtration. On peut obtenir ainsi une pression absolue de 200 g/cm², soit une pression différentielle de 800 g/cm².

Le gaz inerte ainsi aspiré par P. 11 est comprimé vers 1,4 kg/cm² absolu, refroidi dans E. 15 et E. 16 et repart aux filtres où il sert à effectuer le soufflage. Il est aspiré à travers le filtre avec le filtrat et le cycle recommence.

DEPARAFFINAGE

AUTRES PROCEDES DE DEPARAFFINAGE

1. - Déparaffinage au propane

a) Rôle du propane

Il sert également à diminuer la viscosité du mélange huile + paraffine et à améliorer la cristallisation. La solubilité de la paraffine dans les hydrocarbures légers décroît si la masse moléculaire de ces hydrocarbures croît. De ce point de vue, le propane paraît moins intéressant que des corps plus lourds. Mais, par suite de sa faible viscosité, il est nécessaire de n'utiliser que peu de propane et il donne une cristallisation de la paraffine très favorable à une bonne filtration et un bon lavage.

b) Description du procédé

Dans l'ensemble, une unité de déparaffinage au propane est semblable à l'unité décrite ci-dessus. Les principales différences sont :

1. - Le propane bouillant à - 45°C, on est obligé d'avoir une installation sous pression pour le maintenir liquide. En particulier, la construction des filtres est plus délicate.
2. - On peut effectuer le refroidissement de la charge en évaporant directement dans la masse une partie du propane qui sert ainsi d'agent réfrigérant. Cette évaporation se fait dans des chillers spéciaux, plus simples que les chillers précédemment décrits et ayant un meilleur coefficient d'échange.
3. - Par suite de sa faible tension de vapeur, la récupération du propane sera plus facile que celle du mélange cétone-toluène.

2. - Déparaffinage par solvants chlorés

Ce sont principalement le trichloréthylène C_2HCl_3 et le dichloréthane $C_2H_4Cl_2$. La densité de ces corps est assez élevée (1,3 à 1,5) ce qui rend facile la séparation de la paraffine par centrifugation, car il existe une grande différence de densité entre les phases séparées. La phase huile se trouve à la périphérie de la centrifugeuse et la phase paraffine au milieu. La vitesse de rotation est de 8 000 à 9 000 tours par minute au lieu de 17 000 avec le solvant essence autrefois.

[illegible]

(d'après Petroleum refiner)

Des applications récentes d'autres solvants chlorés, notamment par la Société Edeleanu, ont permis d'obtenir des précipitations filtrables de paraffine et de remplacer très avantageusement les anciennes centrifuges par des filtres rotatifs.

CHAPITRE XVI

TRAITEMENTS FINISSEURS APPLIQUÉS AUX HUILES LUBRIFIANTES ET AUX PARAFFINES

Dans les chapitres précédents, nous avons vu comment nous pouvions débarrasser nos lubrifiants :

- De l'asphalte qu'ils pouvaient éventuellement contenir ;
- Des hydrocarbures ayant un faible indice de viscosité, et les plus altérables à la chaleur ;
- De la paraffine qui leur donnait un point de congélation élevé.

Il reste à clarifier et à stabiliser nos huiles et les paraffines qui en ont été extraites en éliminant les éléments altérables à la chaleur et à l'air qu'elles peuvent encore contenir. Ces impuretés, généralement de couleur assez foncée, peuvent être des hydrocarbures oxydables ou des acides organiques préexistant dans la matière première, à moins qu'ils n'aient été formés au cours de la distillation sous vide qui a fractionné nos huiles. Nous allons voir rapidement, dans les pages qui suivent, les traitements finisseurs que l'on applique habituellement :

- Aux huiles traitées par solvant ;
- Aux huiles industrielles qui n'ont pas été traitées par solvant ;
- Aux paraffines sortant des filtres de recristallisation ;

puis nous dirons un mot des additifs ou dopes employés couramment pour l'amélioration de la qualité des lubrifiants.

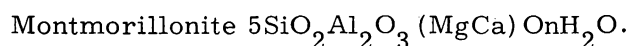
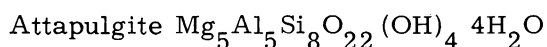
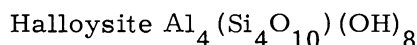
CAS DES HUILES DÉJÀ TRAITÉES PAR SOLVANT

Le traitement finisseur des huiles déjà traitées par solvant peut être soit un traitement par un produit adsorbant sélectif comme la terre décolorante naturelle ou activée, soit un traitement à l'hydrogène en présence de catalyseur.

TRAITEMENTS FINISSEURS

Traitement à la terre

Les terres décolorantes sont des argiles, c'est-à-dire des silicates d'alumine de formules diverses :



Les unes ont un pouvoir décolorant naturel après séchage, telle l'halloysite. Par contre, les argiles type montmorillonite-subbentonites n'ont aucun pouvoir décolorant naturel, mais elles sont susceptibles d'acquérir une puissance considérable de décoloration par activation à l'acide sulfurique ou chlorhydrique à chaud (90 °C).

Diverses hypothèses ont été émises sur la cause de cette efficacité dans l'élimination des pigments colorés que donne l'activation. Aucune n'a pu être réellement vérifiée et on pourra admettre, par exemple avec M. Alexanian, que l'activation dépolit les surfaces et favorise ainsi l'adsorption.

Si l'huile, matière première à raffiner, a été déjà bien décolorée par le traitement par solvant, on pourra se contenter d'utiliser, pour sa stabilisation, de la terre naturelle qui est beaucoup moins chère que l'autre. Le prix de la terre naturelle est, en effet, de l'ordre de 0,10 NF le kilogramme tandis que celui des terres activées avoisine 0,50 NF.

D'autre part, la terre naturelle retient moins d'huile que la terre activée plus poreuse, mais il sera tout de même nécessaire d'employer quelquefois la terre activée de préférence à l'autre en raison de son pouvoir décolorant beaucoup plus grand (3 fois plus élevé en moyenne que celui de la terre naturelle).

Nous ne nous étendrons pas sur les détails de préparation des terres décolorantes, bien qu'elles aient été un agent fort important de décoloration et de stabilisation des huiles pendant ces trente dernières années. Elles sont d'ailleurs encore très utilisées aujourd'hui, mais on peut prévoir que bientôt le traitement à la terre sera à peu près complètement remplacé par l'hydrogénation catalytique dont nous parlerons tout à l'heure.

TRAITEMENTS FINISSEURS

Disons simplement que, pour être efficaces, les terres décolorantes naturelles doivent avoir été séchées au four et ne pas avoir repris une quantité notable d'humidité avant usage. Par contre, les terres activées à l'acide s'accommodent bien d'une certaine humidité. On trouve même généralement qu'elles atteignent le maximum de leur efficacité de décoloration pour des teneurs en eau comprises entre 10 et 20 %.

Méthodes d'emploi des terres

La méthode d'emploi des terres décolorantes revêt deux aspects suivant les raffineries. Les unes utilisent la percolation, les autres le contact.

Percolation

Dans le traitement des huiles par percolation, la terre décolorante naturelle, ou la bauxite calcinée, ou le gel de silice, est disposé à l'état de granules en lit fixe dans un ou plusieurs grands filtres cylindriques. L'huile est passée lentement à travers la terre à une température aussi basse que le permet la viscosité.

Les premières gouttes d'huile sont généralement très décolorées et les suivantes le sont de moins en moins au fur et à mesure de l'épuisement des propriétés décolorantes de la terre. On mélangera donc les fractions successives obtenues pour réaliser l'huile de la couleur moyenne désirée. Quant à la terre épuisée, elle peut être régénérée comme suit :

On lave à l'essence le filtre plein de terre usagée et on évapore celle qui reste dans la terre après égouttage. La terre est ensuite transférée dans un four rotatif où elle est calcinée à une température variable suivant sa nature, mais toujours supérieure à 500°C. Si on prend la précaution d'utiliser les terres, tantôt pour le traitement des huiles légères, tantôt pour celui des huiles lourdes et foncées, on pourra les régénérer par calcination 20 ou 30 fois.

Le procédé par percolation est donc un procédé qui économise la terre. Il a l'inconvénient de nécessiter des installations très volumineuses et d'entraîner par conséquent des frais d'investissement élevés.

TRAITEMENTS FINISSEURS

Contact

Dans le procédé par contact, qui est actuellement le plus répandu, l'huile et la terre sont mélangées en continu dans les proportions convenables et le mélange est introduit dans un préchauffeur après lequel il est désaéré sous vide. Il est ensuite pompé à travers un four tubulaire où il est porté pendant quelques minutes à une température qui dépend de la nature de l'huile à traiter et de la terre employée. Les terres activées demandent, en général, des températures assez élevées et pratiquement on opère à 15 ou 20°C au-dessous du point d'inflammabilité de l'huile en traitement.

A la sortie du four, le mélange se rend dans un ballon de contact sous vide où il est malaxé pendant 10 à 30 minutes à la température de sortie du four. Il est ensuite plus ou moins refroidi et passé sur un filtre dont le type le plus perfectionné paraît être le filtre rotatif à tambour que l'on charge au préalable d'une "précouche" de terre spéciale.

Ce système demande peu de main-d'œuvre. Il donne de bons rendements en huile finie du fait de la température élevée à laquelle on peut filtrer ; à cette température, l'huile est en effet peu visqueuse et n'est par conséquent que peu retenue par la terre.

Filtration sur papier

Malgré tous les soins apportés à la filtration, l'huile à la sortie du filtre contient quelques particules très fines de terre qui auraient le plus mauvais effet sur la stabilité de couleur de l'huile si celle-ci n'était pas passée dans un filtre final garni de papier filtre.

Le tableau I donne quelques résultats de traitement à la terre d'huiles préalablement extraites par solvant :

TABLEAU I

Huile							Terre	
Qualité	Viscosité E. à 50 °C	Indice de viscosité	Couleur A. S. T. M.		Acidité		Nature	Pour-centage
			avant	après	avant	après		
100 solvant	2,1	98	1,2	1	0,03	0,01	Activée	1,5
Moteur	4,5	97	1,5	1,4	0,02	0,005	Naturelle	2
B.S.	38	97	4	3,9	0,015	0,005	Naturelle	3

TRAITEMENTS FINISSEURS

Toutes les huiles indiquées dans le tableau précédent ont déjà été traitées au furfural, ce qui les a notablement décolorées. Le traitement à la terre a eu surtout pour effet de les stabiliser. Les essais de stabilité du British Air Ministry effectués sur l'huile moteur ont donné une augmentation de viscosité de 1,3 et un gain de carbone de 0,3. Avec le bright stock, ces augmentations ont été respectivement de 1,4 et de 0,7.

Loi de l'adsorption

L'adsorption des impuretés par la terre décolorante obéit sensiblement à la loi empirique de Freundlich. Le poids d'impuretés adsorbées par la terre est une fonction exponentielle de la concentration à l'équilibre :

$$\frac{i}{m} = Kc_p$$

i masse d'impuretés éliminées par la terre,

m masse de terre employée,

c concentration de l'huile en impuretés à l'équilibre,

K et p des constantes qui doivent être déterminées expérimentalement.

En fait, il est très difficile d'évaluer les masses d'impuretés. On préfère évaluer la couleur de l'huile qui lui est directement rattachée. Si donc sur du papier à échelle logarithmique on trace la courbe de couleur en fonction de la proportion de terre employée, on trouve généralement que c'est une droite, ce qui vérifie donc à peu près la loi de Freundlich.

CAS DES HUILES NON TRAITEES PAR SOLVANT (huiles industrielles)

Avant 1932-1933, la presque totalité des huiles lubrifiantes, même celles de la qualité auto, étaient traitées à l'acide et à la terre. On ne connaissait pas encore les propriétés des solvants d'extraction qu'on emploie maintenant si souvent. Il est cependant des cas encore aujourd'hui où le traitement par solvant ne peut pas être appliqué. C'est en particulier celui des huiles industrielles qui sont souvent traitées à l'acide et à la terre.

Ces huiles industrielles, vendues à relativement bas prix, n'ont pas besoin d'avoir un indice de viscosité élevé car elles sont utilisées à des températures modérées. Les services commerciaux souhaitent

TRAITEMENTS FINISSEURS

même que leur indice de viscosité soit assez bas pour qu'elles ne puissent pas se substituer, dans un marché parallèle, aux huiles moteur d'un prix de vente beaucoup plus élevé.

Elles sont souvent préparées à partir de distillats de bruts naphéniques ou asphaltiques et leurs indices de viscosité sont assez faibles. Il se trouve que les distillats naphéniques sont toujours clairs, ce qui fait que la clientèle a l'habitude d'associer la dénomination d'huile industrielle à la notion d'huile pâle. Les raffineurs qui utilisent comme matière première des distillats paraffiniques, qui sont en général assez colorés, sont donc obligés de les éclaircir assez notablement et ils ne peuvent employer les solvants classiques d'épuration car, en même temps qu'une bonne décoloration, ils obtiendraient pour leur raffinat, un indice de viscosité trop élevé.

Ils sont donc amenés à employer le vieux procédé à l'acide sulfurique et à la terre qui décolore notablement sans presque changer l'I. V.

Traiteme n t a c i d e

Ce raffinage s'effectue par mélange avec l'huile à la température ambiante de l'acide sulfurique concentré (96 % ou oléum) en proportion convenable pour obtenir le résultat désiré. Même avec les huiles qui ne réclament qu'une faible proportion de réactif, il est recommandé d'opérer en deux fois au moins : la première avec un faible pourcentage d'acide (0,5 à 1 % en poids) pour éliminer toute l'humidité ; la seconde fois avec le restant de l'acide concentré qui peut alors jouer son rôle de solvant pour les résines, asphaltes et hydrocarbures oxydés.

Le traitement à l'acide peut s'effectuer en discontinu ou en continu.

Lorsqu'on opère en discontinu, le traitement utilise de grands agitateurs cylindroconiques dans lesquels le brassage de l'huile avec l'acide se fait, soit à l'air comprimé, soit par circulation avec une pompe. L'efficacité de brassage peut être améliorée dans ce dernier cas en disposant, dans la conduite de refoulement de la pompe, des orifices mélangeurs, fixes ou réglables, qui obligent à un mélange très intime de l'huile et du réactif.

TRAITEMENTS FINISSEURS

Lorsque la première acidification de séchage a été faite, on laisse décanter un quart d'heure, on élimine les goudrons et on fait la deuxième acidification avec le reste de l'acide. L'agitation en présence du réactif dure de 10 à 40 minutes suivant la viscosité de l'huile à épurer et le degré de turbulence réalisé. La décantation après la dernière acidification doit être suffisamment prolongée. Elle dure en général entre 1 et 2 heures.

Le traitement continu à l'acide s'opère dans des mélangeurs de types qui peuvent être très divers et qu'on alimente simultanément avec l'huile à épurer et l'acide. On a eu soin préalablement de pomper ces deux liquides à travers un "proportionomètre" qui, par un système de pistons asservis les uns aux autres, délivre une quantité d'acide exactement réglée sur la quantité d'huile qui passe dans le cylindre principal.

Les mélangeurs sont à axe vertical (turbo-mélangeur) ou horizontal (Lancaster, Sharples), et ils assurent un brassage très énergétique de l'huile et du réactif. Ils sont entraînés par un moteur de 3 à 4 ch par mètre cube d'huile traité par heure. La durée de séjour dans le mélangeur, ou mieux la vitesse de passage, est à régler suivant l'huile à épurer, le pourcentage d'acide employé et le résultat à obtenir.

A la sortie des mélangeurs, il faut séparer les goudrons acides de l'huile épurée et, dans ce cas, on ne se contente généralement pas d'une simple décantation par gravité. On centrifuge le mélange d'huile et de goudron dans des appareils Sharples ou Alfa-Laval en acier inoxydable. La force ainsi appliquée aux goudrons peut varier de 8 000 à 14 000 fois la pesanteur, de sorte que la séparation est presque instantanée.

Traitement à la terre

Après le traitement acide continu ou discontinu, il ne reste plus qu'à neutraliser à la terre par les procédés classiques (percolation ou contact). Ajoutons cependant que lorsque l'huile a été traitée à l'acide et décantée, la terre utilisée pour la stabilisation doit être accompagnée d'une certaine proportion de chaux (1 % par rapport à l'huile par exemple).

On trouvera sur le tableau II les résultats d'un traitement acide

TRAITEMENTS FINISSEURS

et terre sur deux distillats non traités préalablement au solvant.

TABLEAU II

Acide		Terre		Huiles					
Proportion	Concentration	Qualité A ou N	Pourcentage	Qualité	Viscosité E. à 50 °C	Couleur A. S. T. M.		Acidité	
						avant	après	avant	après
5 %	96	A N	1 3	Paraffine	7,3	4,5	2	0,18	0,05
5 %	96	A N	2 3	Paraffine	18	7	3,5	0,20	0,05

Cas particulier des huiles médicinales

Une autre occasion d'employer l'acide sulfurique et la terre, c'est la préparation des huiles médicinales dénommées "huiles de paraffine". Après traitement éventuel par solvant, on épure les huiles à l'acide concentré ou à l'oléum jusqu'à ce qu'elles soient complètement décolorées. Le pourcentage d'acide peut alors dépasser largement 50 %.

Ce traitement, très énergique, doit être appliqué en plusieurs fois bien entendu pour bien utiliser l'acide et éviter une trop grande élévation de température pendant la réaction. L'élévation de température favoriserait la redissolution des résines et autres impuretés dans l'huile.

Après 4 ou 5 traitements successifs, on neutralise l'huile acide par une solution sodique. On la lave à l'alcool pour en éliminer les acides sulfoniques dissous et on stabilise par percolation ou contact par de la terre décolorante.

Traitement catalytique à l'hydrogène

Les raffineurs n'aiment pas beaucoup les traitements à l'acide sulfurique et à la terre décolorante qui laissent des sous-produits encombrants et difficiles à faire disparaître. Les goudrons acides, en particulier, posent des problèmes de plus en plus sérieux aux raffineurs qui opèrent au voisinage des villes.

L'hydrogénation ménagée des huiles en présence du catalyseur cobalt-molybdène est connue depuis une bonne dizaine d'années comme

TRAITEMENTS FINISSEURS

un excellent traitement finisseur des huiles déjà traitées par solvant. Il n'était cependant pas employé parce que l'hydrogène était cher. Il n'en est plus de même depuis que les reforming catalytiques au platine ont fait leur apparition dans la quasi-totalité des raffineries, aussi ce procédé commence-t-il à se substituer au raffinage final à la terre et il n'est pas douteux qu'il finira par le remplacer complètement.

Ferrofining

Un perfectionnement notable vient de lui être apporté par un laboratoire français et il semble qu'il va permettre d'abandonner définitivement l'acide sulfurique et la terre décolorante activée ou non pour le raffinage des huiles puisqu'il s'applique également aux huiles non traitées par solvant.

Ce procédé dénommé ferrofining met en œuvre un catalyseur d'hydrogénation dans lequel le fer est associé comme promoteur au mélange catalyseur classique cobalt-molybdène. Il est non seulement susceptible de remplacer le traitement final à la terre activée qui est généralement appliqué aux huiles ayant déjà subi une extraction par solvant, mais il remplace avantageusement les traitements à l'acide sulfurique et à la terre décolorante qu'on applique encore aux distillats déparaffinés pour en faire des huiles industrielles.

Le ferrofining, ou traitement finisseur au fer, consiste essentiellement à passer l'huile lubrifiante et l'hydrogène à travers un lit fixe de catalyseur ternaire dans des conditions modérées de pression et de température. La pression nécessaire est inférieure à celle des gaz hydrogénés disponibles à la sortie des reforming catalytiques, de sorte qu'il n'y a pas lieu d'envisager l'emploi de compresseurs. Le procédé consomme, d'autre part, fort peu d'hydrogène et il n'est donc pas nécessaire non plus d'envisager le recyclage des gaz hydrogénés. La consommation moyenne d'hydrogène est en effet de l'ordre de 7 m^3 par tonne d'huile lubrifiante.

Les conditions opératoires correspondant à la meilleure efficacité du procédé varient avec la nature de la matière première à raffiner (viscosité, origine du brut). Quelques essais préliminaires au laboratoire permettent de savoir rapidement la meilleure température et la meilleure vitesse spatiale à réaliser pendant le passage sur le catalyseur.

TRAITEMENTS FINISSEURS

Le schéma de principe de cette installation est représenté par la figure 1.

Le mélange huile + gaz riche en hydrogène passe à travers le four où il est élevé à la température de traitement, puis à travers le lit de catalyseur dans le réacteur. L'huile et le gaz quittant le réacteur sont séparés en deux stages. Le gaz provenant des deux stages est dirigé vers le réseau gaz de la raffinerie, tandis que l'huile provenant du second stage est débarrassée de ses produits légers dans un "stripper" qui reçoit une injection de vapeur. L'huile est ensuite séchée dans une tour sous vide. L'huile est ensuite séchée dans une tour sous vide.

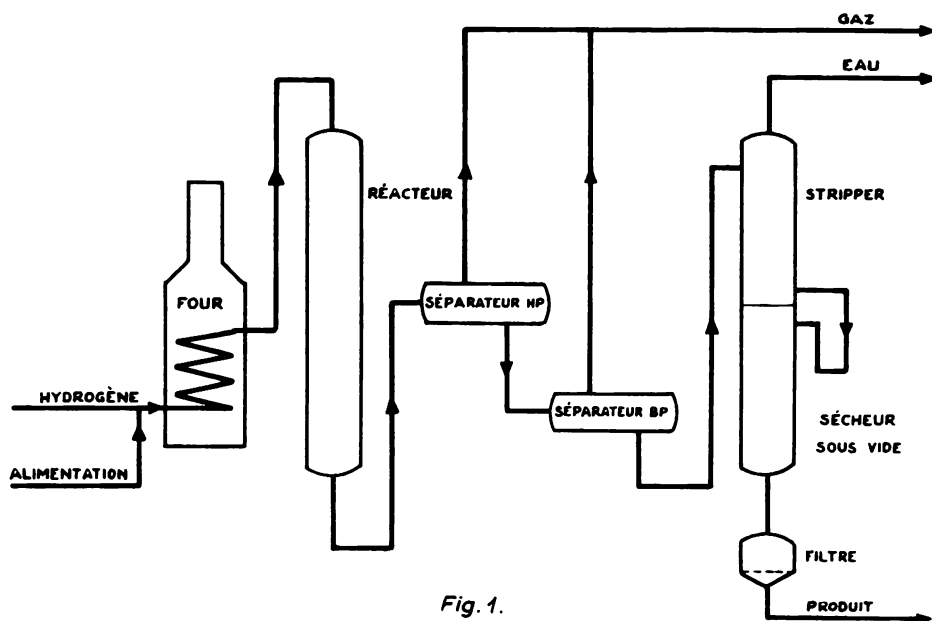


Fig. 1.

Le catalyseur garde son activité très longtemps. Les inventeurs du système pensent qu'il peut rester en activité sans régénération pendant plusieurs années, mais il a été vérifié que la régénération pourrait, en tout cas, s'effectuer facilement et complètement par un simple brûlage des matières charbonneuses avec un mélange d'air et de vapeur.

Qualité des huiles traitées au ferrofining

Si, au lieu d'employer le catalyseur au fer pour le traitement des huiles qui n'ont pas été préalablement traitées au solvant ou à l'acide, on emploie des catalyseurs classiques comme ceux au cobalt-molybdène,

TRAITEMENTS FINISSEURS

on obtient également de bonnes couleurs et de bons indices Conradson, mais la stabilité des huiles est insuffisante.

Le ferrofining donne au contraire des huiles bien stables et l'examen des tableaux III, IV et V montre leur résistance à l'oxydation (les essais d'oxydation effectués sont ceux du British Air Ministry).

Dans les tableaux IV et V on a montré les résultats obtenus sur des distillats simplement déparaffinés d'un brut du Proche-Orient et sur des distillats de Tia Juana 102. Dans tous les cas, les stabilités de couleur ont été mesurées en déterminant la couleur avant et après le chauffage de l'huile pendant 16 heures à 85 °C en présence d'air.

TRAITEMENT DES PARAFFINES ET CIRES

Différents types de paraffines et cires

On désigne par "paraffine" ou "cire" la matière solide séparée de l'huile lors du déparaffinage (par filtration ou centrifugation). Cette matière est principalement composée de chafnes paraffiniques et contient quelques noyaux aromatiques ou naphténiques.

Le terme général de "paraffine" (en anglais : wax) englobe un grand nombre de corps différents :

1. Le gatsch est la paraffine contenant encore une assez grande quantité d'huile (jusqu'à 30 %) qui se dépose sur les filtres lors du déparaffinage. C'est un produit intermédiaire qui n'a, en général, pas d'utilisation commerciale dans cet état.
2. La paraffine proprement dite, qui est obtenue par déshuilage du gatsch au cours de la recristallisation.
3. Les cires microcristallines : on entend par là les gatsch ou les paraffines obtenues à partir des distillats lourds et des bright stocks.

La principale différence entre la paraffine proprement dite et la cire réside dans la grosseur des cristaux. La structure cristalline de la paraffine est visible à l'aspect et les cristaux sont relativement gros. Les cires sont, au contraire, formées de très petits cristaux (d'où leur nom de microcristallines) qui n'apparaissent qu'au microscope.

TRAITEMENTS FINISSEURS

TABLEAU III

Comparaison des stabilités (1)
de divers lubrifiants provenant de brut du Moyen-Orient
et traités par solvant

Traitement	Traitement terre activ.	Hydrogénée avec catal. Co/Mo	Ferrofining
500 PALE I. V. = 75			
Traitement terre (% poids).	4		
Couleur A. S. T. M.	3 mini	2 ½ mini	2 ½ mini
Rapport de viscosité	1,7	1,8	1,6
Augmentation du résidu de carbone	1,5	1,8	1,4
500 NEUTRAL I. V. = 95			
Traitement terre (% poids).	2		
Couleur	3 mini	1 ½ mini	2 mini
Rapport de viscosité	1,2	1,3	1,2
Augmentation du résidu de carbone	0,3	0,6	0,3
BRIGHT STOCK I. V. = 85			
Traitement terre (% poids).	3		
Couleur	6 mini	4	4
Rapport de viscosité	1,7	1,9	1,6
Augmentation du résidu de carbone	1,5	1,8	1,2
BRIGHT STOCK I. V. = 95			
Traitement terre (% poids).	2		
Couleur	3 ½	2	2
Rapport de viscosité	1,3	1,3	1,2
Augmentation du résidu de carbone	0,7	0,7	0,5

(1) Essai d'oxydation British Air Ministry (Méthode I. P. 48/57).

TRAITEMENTS FINISSEURS

TABLEAU IV

Comparaison de stabilité ⁽¹⁾
de lubrifiants provenant de distillats d'un brut du Proche-Orient
et simplement déparaffinés

Traitement	Acide et terre	Hydrogénée avec catal. Co/Mo	Ferrofining
DISTILLAT VISCOSITE = 3 ° E à 38 °C - I. V. = 50			
Traitement acide (% poids)....	1, 2		
Traitement terre (% poids)....	5, 5		
Couleur	2 mini	1 ½ mini	1 ½ mini
Couleur après chauffage.....	2	2 mini	1 ½ mini
DISTILLAT VISCOSITE = 1, 73 ° E à 100 °C - I. V. = 55			
Traitement acide (% poids)....	5		
Traitement terre (% poids)....	8		
Couleur	2 ½ mini	2 mini	2 mini
Couleur après chauffage.....	3 mini	3 mini	2 ½ mini
DISTILLAT VISCOSITE = 2, 5 ° E à 100 °C - I. V. = 50			
Traitement acide (% poids)....	4		
Traitement terre (% poids)....	4		
Couleur.....	3 ½ mini	3 mini	3 mini
Couleur après chauffage.....	5 mini	4 ½	3 ½

(1) La stabilité est mesurée par l'augmentation de couleur causée par le chauffage à 85 °C pendant 16 heures en présence d'air.

TRAITEMENTS FINISSEURS

TABLEAU V

Comparaison de stabilité ⁽¹⁾
de lubrifiants provenant de simples distillats
de Tia Juana 102

Traitement	Acide et terre	Hydrogénée avec catal. Co/Mo	Ferrofining
DISTILLAT VISCOSITE 1,73 °E à 100°C - I. V. = 40			
Traitement acide (% poids) .	2		
Traitement terre (% poids) .	4		
Couleur	1 ½	1 ½	1 ½
Couleur après chauffage....	2 mini	2	1 ½
DISTILLAT VISCOSITE 3,3 °E à 38°C - I. V. = 24			
Traitement acide (% poids) .	5		
Traitement terre (% poids) .	6		
Couleur	2 mini	1 ½ mini	1 ½ mini
Couleur après chauffage ...	2 ½	2 ½ mini	1 ½

(1) La stabilité est mesurée par l'augmentation de couleur causée
par le chauffage à 85°C pendant 16 heures en présence d'air.

TRAITEMENTS FINISSEURS

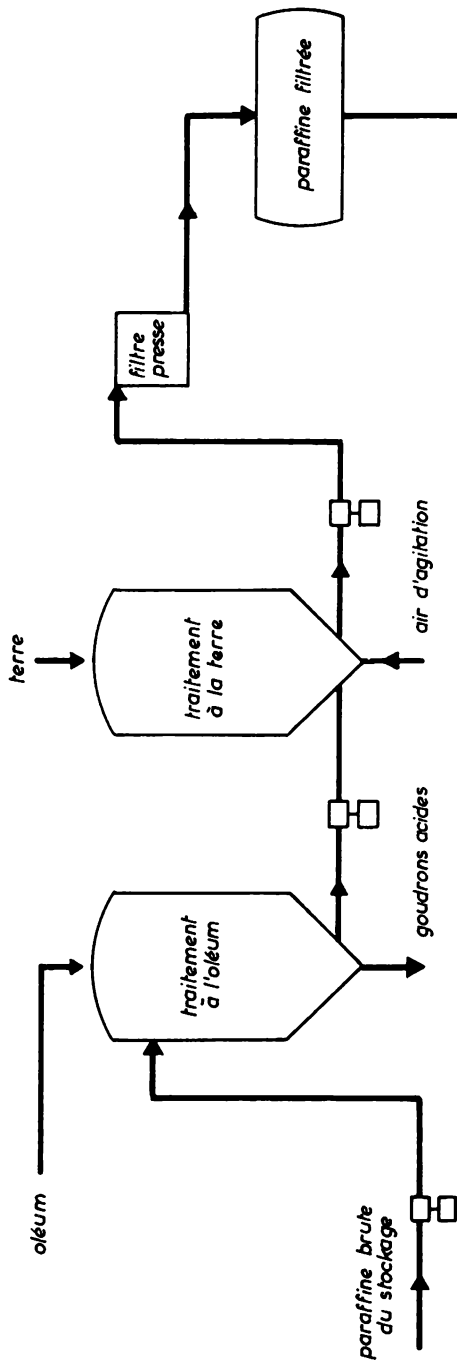
Propriétés des paraffines et cires

1. Paraffines : La paraffine cristallise en plaques ou en aiguilles. Les hydrocarbures sont des chaînes droites ou ramifiées. La masse moléculaire peut varier entre 320 et 400.
Le point de fusion de la paraffine peut varier entre 32 et 73°C, mais se trouve en général entre 48 et 62°C. La paraffine raffinée est incolore à l'état liquide, blanche à l'état solide, sans goût, ni odeur, dure et cassante. Elle contient moins de 0,5 % d'huile en général.
2. Cires : La structure des cires est principalement du genre "microcristallin". Les cires contiennent des hydrocarbures cycliques et le poids moléculaire varie de 450 à 1 000 et même 1 200.
Les cires raffinées sont, en général, jaunes ou marron. Elles sont souvent plastiques et relativement tendres (suite à leur structure microcristalline), mais peuvent parfois être très dures et cassantes. Le point de fusion varie entre 60 et 85°C et peut parfois dépasser 100°C pour les cires dures. Le pourcentage d'huile est presque toujours inférieur à 3 %, mais monte dans certains cas à 10 et même 20 %.

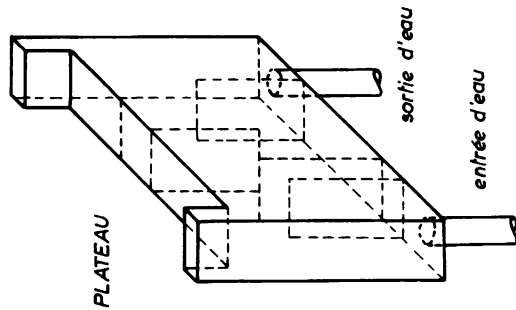
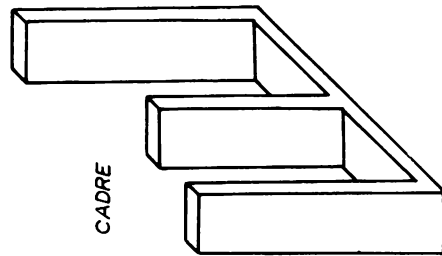
Classification commerciale

La classification commerciale des paraffines et cires est assez arbitraire. On distingue :

1. Paraffines raffinées : elles sont caractérisées par un pourcentage d'huile inférieur à 0,5 %. On les classe suivant leur point de fusion, par fourchettes de 2°C. On a ainsi les qualités 48/50 (point de fusion compris entre 48 et 50°C), 50/52, etc. jusqu'à 60/62.
Les points de fusion pour les paraffines sont additifs linéairement, ce qui permet de préparer les différentes qualités ci-dessus par mélanges d'un petit nombre de "bases" correspondant aux différents grades traités au déparaffinage.
2. Paraffines "écaille" : elles sont caractérisées par un pourcentage d'huile compris entre 1,5 et 3 % ; deux fourchettes de point de fusion seulement : 50/54 (écaille A) et 56/60 (écaille B).
3. Cires : les deux principales qualités commerciales de cires sont :



DETAILS D'UN PLATEAU REFRIGERANT ET D'UN CADRE



SCHEMA DE TRAITEMENT ACIDE ET TERRE DE LA PARAFFINE

TRAITEMENTS FINISSEURS

- Une cire dite "plastique" : pourcentage d'huile inférieur à 3 %, point de fusion de l'ordre de 80 °C, deux fois moins dure environ que la paraffine ;
- Une cire à pourcentage d'huile plus élevé : 12 à 18 %.

But du traitement

La paraffine brute sortant du déparaffinage est souvent colorée. Elle contient des impuretés qui lui donnent de l'odeur et une mauvaise stabilité à l'action de la chaleur et de la lumière.

La paraffine est donc traitée afin d'améliorer ses caractéristiques, puis moulée en pains d'environ 5 kg avant d'être livrée dans le commerce.

Le plus souvent, la paraffine est traitée à l'oléum, puis à la terre avant d'être filtrée et moulée. Elle subit parfois une percolation sur argile à la place des deux traitements précédents. Enfin, il semble qu'une hydrogénation catalytique soit possible.

Nous allons décrire rapidement une unité de traitement discontinu à l'oléum et terre, dont le schéma est donné ci-contre.

Traitement à l'oléum

Ce traitement a pour but d'éliminer les composés instables existant dans la paraffine et qui donnent de l'odeur et une mauvaise stabilité de la paraffine (notamment de sa couleur).

La paraffine brute (dont le point de fusion a été réglé suivant la qualité à obtenir) est fondue et pompée dans un premier agitateur. L'oléum est ajouté ensuite. On brasse à l'air pendant une demi-heure puis on laisse décanter. L'action de l'oléum sur les impuretés donne un produit noirâtre, appelé "goudron acide", qui est purgé et évacué.

La quantité totale d'oléum utilisée est de l'ordre de 3 à 4 %. Elle est souvent ajoutée en deux fois : environ 0,5 % en premier lieu, ce premier traitement ayant pour but de déshydrater la paraffine et d'éviter que l'oléum soit dilué, ce qui diminuerait son efficacité. Après une première purge, le reste de l'oléum est ajouté pour le traitement proprement dit.

TRAITEMENTS FINISSEURS

Traitement à la terre - Filtration

Le traitement à la terre a pour but de neutraliser et décolorer la paraffine. Celle-ci, après le traitement à l'oléum, est envoyée dans un deuxième bac. Une certaine quantité de chaux (0,5 à 1 %) est d'abord ajoutée dont le but est de neutraliser l'acidité résiduelle. Puis on ajoute la terre décolorante (environ 3 à 4 %). Le tout est brassé à l'air pendant quelques heures.

Le mélange terre-paraffine est alors repris par une pompe et envoyé sur un filtre presse. La paraffine filtrée est reçue dans un bac et la terre se dépose dans la presse, que l'on ouvre pour la gratter une fois qu'elle est pleine. La terre usée est évacuée et perdue.

Moulage

Le moulage est destiné à mettre la paraffine sous forme de pains de 5 kg environ. Il s'effectue dans une presse équipée de cadres et de plateaux refroidissants placés alternativement. Les côtés des plateaux et des cadres dépassent de quelques centimètres au-dessus de la partie supérieure de la presse quand celle-ci est fermée. Le sommet de la presse forme ainsi une cuvette.

La paraffine liquide est envoyée par gravité dans la presse et on établit une circulation d'eau à l'intérieur des plateaux réfrigérants. Pendant toute la durée de la solidification, une couche de paraffine liquide est maintenue sur le dessus de la presse, ceci afin de remédier à la contraction que subit la paraffine en se solidifiant et qui peut atteindre 15 à 17 % entre le liquide juste au-dessus du point de fusion et le solide à température ambiante.

Le refroidissement dure deux à trois heures. Le dessus de la presse est ensuite gratté et enlevé, puis la presse est ouverte et les pains retirés.

Ce mode de moulage en discontinu est peu à peu remplacé aux U.S.A. par des chaînes de moulage en continu, où la paraffine liquide est envoyée dans des moules placés sur un convoyeur continu qui traverse une chambre frigorifique, solidifiant ainsi les pains qui sont ensuite déchargés.

DOPES POUR L'AMELIORATION DES HUILES

Il ne paraît pas possible de donner aux huiles lubrifiantes toutes les qualités désirables par les seuls moyens du raffinage. Aussi s'est-on efforcé depuis une vingtaine d'années de mettre au point des additifs ou dopes qui, ajoutés en petites quantités, modifient d'une façon très appréciable le comportement des huiles en service.

Nous ne pourrions qu'effleurer le sujet dans les lignes qui vont suivre, car le nombre des brevets d'utilisation de composés divers comme dopes, pour améliorer la lubrification, qui ont été pris depuis dix ans, est de plusieurs milliers.

- L'abaissement du point de congélation est obtenu par l'addition de composés à grosses molécules qui gênent le développement des cristaux de paraffine dans l'huile. On utilise trois séries de corps qui ont une bonne efficacité : les paraflows qui sont le produit de la condensation de paraffines chlorées sur le naphtalène en présence de chlorure d'aluminium ; le santopour qui est une paraffine-phénol, obtenue par condensation de paraffines chlorées sur le phénol en présence du chlorure phtalique ; les polyméthacrylates qui sont des polymères d'esters méthacryliques d'alcools supérieurs. Ces derniers dopes servent d'ailleurs à deux fins comme nous allons le voir.

- L'augmentation de l'indice de viscosité au-delà de 100 serait beaucoup trop onéreuse si elle était demandée au traitement par solvants et il y a bien longtemps qu'on ajoute des dopes aux huiles pour obtenir cette augmentation. A l'origine, on a surtout employé les polybutylènes et les huiles voltolisées. Un type d'huile voltolisée fréquemment employée était un mélange d'huile de colza et d'huile minérale, épaissi par polymérisation sous l'effet de l'effluve électrique.

Aujourd'hui, on emploie surtout les polymères d'esters méthacryliques qui conduisent à des améliorations spectaculaires. Des améliorations d'indice de viscosité de 30 à 40 points peuvent être obtenues en effet, mais l'importance du changement constaté dépend beaucoup de la qualité de l'huile de base. C'est ainsi que les huiles paraffiniques peu visqueuses sont particulièrement sensibles à l'action des polyméthacrylates et on utilise justement cette propriété pour la fabrication des huiles dénommées "toutes saisons".

- Les dopes de détergence forment des micelles qui tiennent en suspension dans l'huile les matières étrangères qu'il serait dangereux de laisser déposer (eau, carbone, poussières), car elles boucheraient

TRAITEMENTS FINISSEURS

les orifices de graissage. De plus, cette mise en suspension de matières étrangères maintient propres les parties actives du moteur. A l'origine, ce sont les savons carboxylates et les sulfonates métalliques qui ont surtout été employés comme détergents. Ils commencent à laisser la place à des copolymères solubles dans l'huile et l'un des produits actuellement les plus employés provient de la polymérisation d'un mélange de 90 parties de méthacrylate de dodécyle avec 10 parties de méthacrylate de diéthylaminoéthyle. D'une manière générale, on a remarqué l'heureux effet de l'azote dans ce domaine.

- Diminution de la friction et de l'usure : Les additifs préconisés pour cette action sont légion. Les acides gras sont connus de longue date pour diminuer la friction. On emploie également des combinaisons organiques de chlore, soufre et phosphore. L'une d'elles, très employée, est le tricrésylphosphate.

Certaines d'entre elles forment avec le métal des films extrêmement minces et très résistants qui subsistent malgré les pressions énormes qui peuvent exister entre deux surfaces métalliques en contact. Les meilleurs dopes pour ces pressions extrêmes seraient des sulfocyanates organiques, et on aurait tendance aujourd'hui à les employer de préférence aux dopes chlorés qui ont été utilisés pendant longtemps.

- Augmentation de la stabilité : Celle-ci est menacée par l'oxydation des huiles qui peut avoir lieu aux températures d'emploi et en présence de corps étrangers servant de catalyseurs à l'action de l'oxygène de l'air. On a recherché des anti-oxygène de Moureu et Dufraisse qui soient efficaces dans les conditions d'emploi. Il semble que des composés tels que les phénols alcoylés, qui s'associent facilement avec la terminaison oxydable de l'huile, en évitent notablement l'altération. On utilise aussi quelquefois les diamines qui protègent le métal lubrifié et empêchent sa dissolution dans les produits éventuels d'oxydation des huiles. On appelle ces dopes diaminés des "déactivateurs" de métaux.

- Enfin, il existe des additifs très polyvalents qui apportent de multiples améliorations aux caractéristiques des huiles en service. Nous avons déjà cité les méthacrylates, il y a aussi les associations phosphore-soufre qui donnent souvent de bons résultats (aérolubes A et B). Signalons aussi que l'emploi simultané de deux dopes conduit parfois à une activité plus grande du mélange que la somme des activités des deux dopes. C'est ce qui se produit par exemple quand on emploie un phénol et un acide carboxylique.

TRAITEMENTS FINISSEURS

D'autres séries d'additifs assez employés sont les émulseurs qui permettent de préparer des huiles solubles utilisées dans le travail des métaux. Il y a aussi les huiles de coupe qui contiennent à la fois des additifs d'onctuosité (acides gras), de pression extrême et parfois du soufre élémentaire.

Les additifs aux huiles transformateurs devront augmenter la résistance de l'huile à l'oxydation. Le meilleur anti-oxygène que l'on ait trouvé jusqu'ici pour cet emploi paraît être le p-crésol-dibutyl tertiaire.

PRÉPARATION DES BITUMES

En dehors de l'épandage sur les routes, que tout le monde a vu faire sans peut-être se rendre compte des techniques et des produits qui sont utilisés, il existe beaucoup d'applications industrielles des bitumes. Celles-ci sont généralement fort peu connues du public alors que chacun sait à quoi sert l'essence, le pétrole ou l'huile lubrifiante.

Les bitumes sont souvent de simples résidus de la distillation des pétroles bruts, mais il faut reconnaître que tous les pétroles bruts ne sont pas aptes à fournir directement des bitumes résidus de bonne qualité. On constate généralement que le résidu de distillation est d'autant plus apte à être employé tel quel comme bitume que le facteur de caractérisation du brut dont il est issu est plus faible, autrement dit que le pétrole brut se rapproche davantage du type asphaltique. C'est exactement le contraire de ce qui se passe avec les huiles lubrifiantes dont l'indice de viscosité et la stabilité naturelle sont d'autant meilleurs que le facteur de caractérisation est plus haut, c'est-à-dire que le pétrole brut est plus paraffinique.

Les pétroles bruts du Proche-Orient que nous recevons en France ont des facteurs de caractérisation assez élevés : Iraq 11,92, Kuwait 11,93, Arabie séoudite 11,94. On sera donc parfois amené à prendre des méthodes particulières de fabrication pour obtenir, à partir de ces pétroles bruts, des produits bitumineux de qualités équivalentes à celles des bitumes que l'on peut préparer à partir des pétroles asphaltiques.

(1) Nous avons utilisé, pour la rédaction de ce chapitre, un bon nombre de notes qui nous ont été communiquées par M. Coste, ancien chef de laboratoire de la raffinerie de Courchelettes, et M. Fortant, ingénieur à la raffinerie de Dunkerque

PREPARATION DES BITUMES

Nous nous proposons de définir d'abord les différentes qualités de bitume que réclame aujourd'hui le marché. Leurs applications principales seront vues ensuite ainsi que les méthodes de fabrication les plus généralement employées.

MODES DE CARACTERISATION DES BITUMES

Les bitumes sont de couleur noire, solides ou semi-solides à la température ambiante et entièrement solubles dans le sulfure de carbone.

On les caractérise par des nombres qui représentent soit :

1. - Les limites de la pénétration à 25°C 100 g 5 s lorsqu'il s'agit des bitumes purs de distillation directe (180/220, 80/100, etc.)
2. - Les limites de viscosité BRTA à 25°C dans le cas de mélanges de bitumes avec du pétrole. Ces mélanges sont appelés bitumes fluxés ou Cut Backs (0/1, 10/15, 50/100, etc.)
3. - Le point de ramollissement moyen (R et B) et la pénétration moyenne dans le cas de bitumes oxydés à usage industriel (85/25, 90/40, etc.). Le premier nombre indique le ramollissement et le second la pénétration à 25°C 100 g 5 s.

Nous étudierons séparément :

- a) Les bitumes pour travaux routiers.
- b) Les bitumes pour applications industrielles.

BITUMES POUR TRAVAUX ROUTIERS

Quelle que soit la technique d'utilisation du bitume pour la construction ou la réparation des routes, sa fonction est toujours de servir de liant entre les agrégats qui constituent la route.

Il est donc nécessaire, pour qu'il remplisse son rôle, qu'il adhère bien aux agrégats et par conséquent qu'il soit liquide au moment de son épandage. Par la suite il devra redevenir solide ou semi-solide en toute saison pour maintenir en place les agrégats pendant l'utilisation de la route.

PREPARATION DES BITUMES

Il y a trois moyens usuels de liquéfier les bitumes avant leur épandage :

1. - Le chauffage. C'est le procédé que l'on emploie avec les bitumes purs.
2. - La dilution par un solvant qui est généralement le pétrole lampant. Les bitumes dilués de cette façon s'appellent les cut backs ou bitumes fluxés comme nous l'avons dit. Ils peuvent être utilisés à température modérée.
3. - La mise en émulsion dans l'eau. Cette eau sera additionnée de réactifs car les bitumes ne s'émulsionnent pas dans l'eau pure. Les émulsions s'emploient à la température ambiante.

Dans tous les cas on part de bitumes purs dont les dénominations usuelles sont les suivantes.

BITUMES PURS

C ₁	180/220
C ₂	80/100
C ₃	60/70
C ₄	20/30

Le bitume C₁ (180/220) peut être employé pour la fabrication d'enrobés à chaud qui portent le nom de bitume macadam, enrobés denses et bétons bitumineux. Nous donnerons quelques détails un peu plus loin sur ces produits.

Les matériaux séchés et chauffés à environ 150°C sont malaxés avec une proportion convenable (5 à 10 % par exemple) de bitume qui est lui-même chauffé entre 150°C et 170°C.

Le bitume C₁ est aussi employé à la fabrication d'émulsions alcalines ou acides.

Le bitume C₂ (80/100) est utilisé pour la fabrication des mêmes enrobés à chaud que le bitume C₁. Il est d'autre part souvent employé pour la fabrication des cut backs.

Les C₃ et C₄ (60/70 et 20/30) sont utilisés dans les contrées chaudes dans les mêmes conditions que les précédents. On ne les emploie pas en France métropolitaine.

TABLEAU I
Bitumes routiers purs

Qualités	180/220	100/120	80/100	60/70	40/50	20/30
Point de ramollissement (méthode bille et anneau A. S. T. M.)	34 à 43	39 à 48	41 à 51	43 à 56	47 à 60	52 à 65
Pénétration (Essai DOW à 25°C, 100 g 5 s à l'appareil A. S. T. M.)	180 à 220	100 à 120	80 à 100	60 à 70	40 à 50	20 à 30
Densité à 25°C (méthode A. S. T. M.)	1,00 à 1,07	1,00 à 1,07	1,00 à 1,07	1,00 à 1,1	1,00 à 1,1	1,00 à 1,1
Perte à la chaleur 163°C pendant 5 heures (méthode A. S. T. M.)	< 2 %	< 2 %	< 2 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %
Pourcentage de pénétration restante par rapport à la pénétration initiale après perte à la chaleur (méthode : voir pénétration)	> 70 %	> 70 %	> 70 %	> 70 %	> 70 %	> 70 %
Point d'inflammabilité Cleveland (coupe ouverte : méthode A. S. T. M.)	> 230°C	> 230°C	> 230°C	> 230°C	> 250°C	> 250°C
Ductilité à 25°C (méthode A. S. T. M.)	> 100	> 100	> 100	> 80	> 60	> 25
Solubilité dans CS 2 (méthode A. S. T. M.)	> 99,5	> 99,5	> 99,5	> 99,5	> 99,5	> 99,5
Teneur en paraffine (méthode L. C. P. C.)	< 4,5 %	< 4,5 %	< 4,5 %	< 4,5 %	< 4,5 %	< 4,5 %

PREPARATION DES BITUMES

Les caractéristiques des bitumes purs sont indiquées dans le tableau I.

CUT BACKS

Les cut backs ou bitumes fluxés sont constitués par mélange de bitume 80/100 avec du pétrole lampant ; suivant la fluidité désirée on mettra plus ou moins de pétrole dans le mélange.

Les différentes qualités de cut backs utilisés sur les routes françaises portent les dénominations suivantes exprimant les limites de viscosité BRTA à 25°C :

Cut back	0/1
Cut back	10/15
Cut back	50/100
Cut back	150/250
Cut back	400/600

Les caractéristiques de ces cut backs sont indiquées sur le tableau II.

Les cut backs 0/1 et 10/15 très fluides sont utilisés pour l'imprégnation des sols.

Le cut back 50/100 pour la réalisation de revêtements superficiels sur chemins peu circulés.

Le 150/250 pour revêtements superficiels de routes à grande circulation ainsi que pour la fabrication d'enrobés à froid.

Le 400/600 pour revêtements superficiels pendant la saison chaude et fabrication d'enrobés à froid.

Les enrobés à froid fabriqués à l'aide des cut backs 150/250 ou 400/600 comportent comme agrégats des gravillons de granulométrie ouverte à l'inverse de ceux qu'on utilise pour les enrobés qualifiés denses. Il faut en effet qu'après mise en place des matériaux sur la chaussée et compactage de ceux-ci le solvant contenu dans le cut back puisse s'évaporer librement pour permettre la consolidation de l'ouvrage. Cette évaporation ne serait pas possible dans le cas des enrobés denses ou du béton bitumineux car ces derniers comportent un

TABLEAU II

Cut backs

Catégories de Cut Back	0 - 1 très fluide	10 - 15 fluide	50 - 100 semi-visqueux	150 - 250 visqueux	400 - 600 très visqueux
Viscosité B R T A (STV) à 25°C. Orifice de 4 mm de diamètre	<30 s	10 à 15 s	50 à 100 s	150 à 250 s	400 à 600 s
Orifice de 10 mm de diamètre					
Densité à 15°C			0,920 à 1,04		
(méthode A. S. T. M.)					
Distillation (résultats exprimés en % de cut Back)					
Fraction passant au-dessous de	9 % max. 10 à 27 30 à 45 47 % max.	11 % max. 16 à 28 32 % max.	6 % max. 6 à 20 25 % max.	3 % max. 6 à 15 20 % max.	2 % max. 5 à 12 15 % max.
(méthode A. S. T. M.)					
Pénétration DOW à 25°C du résidu de la dis- tillation en dixièmes de mm (100 g 5 s à l'appareil A. S. T. M.)	80/300	80/300	80/250	80/250	80/250
Utilisation	Imprégnation des sols relativement compacts	Imprégnation des sols relativement poreux	Emplois partiels différés Répandages	Répandages Emplois partiels différés	Enrobages Répandages par temps chaud

PREPARATION DES BITUMES

pourcentage de vide tellement réduit que l'évaporation complète du solvant serait impossible.

Nous indiquons ci-après les températures auxquelles on utilise généralement les cut backs.

Cut back	0/1	20 à	40°C
Cut back	10/15	60 à	80°C
Cut back	50/100	110 à	125°C
Cut back	150/250	125 à	135°C
Cut back	400/600	135 à	150°C

On utilise quelquefois en France d'autres sortes de cut backs du type américain dont il existe 3 groupes :

Rapid Curing (R.C.) c'est-à-dire à séchage rapide

Medium Curing (M.C.) c'est-à-dire à séchage moyen

Slow Curing (S.C.) c'est-à-dire à séchage lent ;

chacun de ces groupes comporte 6 grades dont les viscosités BRTA s'étagent de 0 à 700 secondes. Nous donnerons seulement les caractéristiques des cut backs RC (tableau III).

Les bitumes à " séchage rapide " (R.C.) sont fluxés avec du naphta au lieu de pétrole lampant. Ils sont réservés aux régions froides.

Les bitumes à " séchage moyen " (M.C.) sont fluxés au pétrole lampant comme les cut backs français. Leurs caractéristiques sont d'ailleurs très voisines. Ils conviennent aux régions tempérées.

Les bitumes à " séchage lent " sont fluxés au gas-oil. Ils ne sont utilisés que dans les régions très chaudes.

Nos cut backs fluxés au pétrole lampant ont une qualité qui convient à presque tous les emplois routiers en métropole, et ce n'est qu'occasionnellement que nous avons à préparer des cut backs à " séchage rapide " (R.C.).

EMULSIONS

Les émulsions sont des dispersions colloïdales de bitumes dans l'eau. Elles permettent la fluidisation du produit à épandre sans avoir à le chauffer. Les émulsions se répandent à froid en toute saison.

TABLEAU III

Cut backs à évaporation rapide (R.C.)

	RC - 0		RC - 1		RC - 2		RC - 3		RC - 4		RC - 5	
	min.	max.	min.	max.	min.	max.	min.	max.	min.	max.	min.	max.
Point d'inflammabilité (tag coupe ouverte °C).....					27	27	27	27	27	27	27	
Viscosité B.R.T.A. à 25°C	0,4	0,8	2	4	6	12	25	50	100	200	350	700
Viscosité B.R.T.A. à 50°C			0,4	0,8								
Viscosité B.R.T.A. à 60°C					0,55	1,10	1,37	2,74				
Viscosité B.R.T.A. à 82°C									0,68	1,37	1,64	3,28
Viscosité Furol à 25°C (77°F)...	75	150										
Viscosité Furol à 50°C (122°F)...			75	150								
Viscosité Furol à 60°C (140°F)...					100	200	250	500				600
Viscosité Furol à 82°C (180°F)...									125	250	300	
Distillation A.S.T.M. à :												
Pourcentage du solvant 190°C	7,5		4									
en volume 225°C	27,6		20		13,3		6,75		1,8			
par rapport 260°C	37,5		28		21,45		15		9		4,5	
au cut back 316°C	45		35,2		28,71		22,4		17,6		12,6	
total 360°C		50		40		33		27		22		18
Résidu (pourcentage en volume)	50		60		67		73		78		82	
Essais du résidu												
Pénétration 25°C - 100 g 5 s ...	80	120	80	120	80	120	80	120	80	120	80	120
Ductilité à 25°C	100		100		100		100		100		100	
Solubilité dans C.Cl ₄	99,5		99,5		99,5		99,5		99,5		99,5	

PREPARATION DES BITUMES

La mise en émulsion du bitume se fait à l'aide d'un moulin colloïdal entraîné par un moteur électrique et tournant à grande vitesse. Ce moulin prend souvent le nom d'homogénéiseur. On émulsionne ainsi 50 à 65 % de bitume avec 50 à 35 % d'eau.

Il existe 2 groupes d'émulsions :

1. - Les émulsions basiques ou anioniques

Le bitume doit contenir une certaine dose d'acides organiques de poids moléculaire élevé.

Ces acides préexistent en proportions satisfaisantes sous la forme d'acides naphthéniques dans le cas des bitumes issus de certains bruts du Venezuela ou du Mexique. Ces bitumes sont dits émulsionnables naturellement.

Les bitumes issus d'autres bruts, tels par exemple ceux du Moyen-Orient, dont l'acidité est très faible, doivent être acidifiés en raffinerie suivant des formules propres à chaque société.

Les produits généralement utilisés pour cette application peuvent être du tall-oil, du brai de distillation d'huiles végétales, de l'oléine, etc.

Pour la fabrication des émulsions qui peuvent être réalisées à 50, 55 ou 60 % de bitume, la phase aqueuse est additionnée d'un savon de résine (résinate de soude ou de potasse) ainsi que de la soude ou de la potasse libres, en proportion juste suffisante pour neutraliser l'acidité du bitume.

A titre d'exemple, nous donnons dans le tableau IV ci-après quelques formules de constitution de la phase aqueuse.

Les variations des doses de réactifs entre ces formules peuvent être justifiées par l'efficacité de l'appareil (homogénéiseur) utilisé pour la fabrication des émulsions.

2. - Emulsions acides ou cationiques

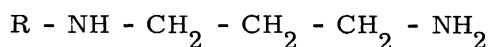
Ces émulsions sont fabriquées de préférence avec les bitumes à faible acidité ; c'est le cas des bitumes du Moyen-Orient. Les bitumes issus du brut du Venezuela qui sont acides peuvent aussi être utilisés mais avec un dosage de dope plus élevé.

PREPARATION DES BITUMES

TABLEAU IV

Formules	Résine par tonne d'émulsion	kg de soude par tonne d'émulsion			kg de potasse par tonne d'émulsion		
		% de bitume			% de bitume		
		50	55	60	50	55	60
1	2,6	0,950	1,05	1,15	1,3	1,45	1,6
2	3,3	1,05	1,15	1,25	1,4	1,55	1,7
3	4	1,1	1,2	1,3	1,55	1,7	1,85

Le bitume est additionné d'une base forte sous la forme d'une diamine fabriquée à partir de la stéarine. Il s'agit d'une amine grasse dont la formule est :



où R est une chaîne aliphatique comportant de quatorze à dix-huit atomes de carbone.

Ce correctif est ajouté par l'utilisateur au moment de la mise en émulsion. La phase aqueuse reçoit une certaine proportion de ce même réactif ainsi qu'une quantité d'acide chlorhydrique suffisante pour neutraliser l'amine incorporée au bitume d'une part et dans la phase aqueuse d'autre part. On pourrait ajouter la totalité de l'amine nécessaire à la fabrication par l'émulsion dans le bitume mais il a été observé que l'efficacité de cette base était meilleure en répartissant la dose utile à raison de 2/3 dans le bitume et 1/3 dans la phase aqueuse.

Les proportions de réactifs varient suivant le type de l'émulsion à réaliser, soit :

PREPARATION DES BITUMES

A/ Type à rupture rapide pour répandage superficiel.

B/ Type à rupture retardée pour enrobage.

Nous donnons ci-après quelques formules à titre d'exemple.
Pour 1 000 kg d'émulsion à 60 % de bitume :

	Type A	Type B
Bitume	600 kg	580 kg
Huile anthracénique		20 kg
Diamine	1,5 kg	2,5 kg
Phase aqueuse :		
Diamine	1 kg	1,5 kg
HCl à 22° Baumé.....	4 kg	6,4 kg
Eau	393,5 kg	389,6 kg
	1 000 kg	1 000 kg

Lorsque les revêtements de route sont faits par mauvais temps ou quand on opère hors de la saison habituelle, il est généralement avantageux d'employer des émulsions acides qui se comportent mieux que les émulsions basiques en présence d'eau.

Maintenant que nous connaissons les caractéristiques des 3 formes sous lesquelles peuvent s'utiliser les bitumes routiers, nous allons voir de quelle manière on les met en œuvre dans la construction et la réparation des routes modernes.

LA ROUTE MODERNE

Elle comporte trois parties distinctes :

Le sol

La fondation

Le revêtement ou tapis .

Lors de la confection d'une chaussée, l'étude porte d'abord sur le sol, et si celui-ci n'est pas d'une nature satisfaisante, il sera corrigé par un apport de sable, de chaux ou de ciment, puis compacté jusqu'à la limite de densité requise.

En vue de prévenir les remontées d'eau par capillarité un traitement au bitume sous la forme d'un cut back 0/1 ou 10/15 sera appliqué en semi-pénétration. Des fossés seront ouverts des deux côtés de la chaussée de manière à favoriser l'écoulement des eaux et sur le support ainsi formé on élèvera la fondation dont l'épaisseur sera calculée en fonction des charges et de l'intensité du trafic. Cette fondation peut atteindre et même quelquefois dépasser 45 cm d'épaisseur et on prendra soin d'utiliser pour sa confection des matériaux tout-venant de carrière aussi durs que possible. Ils seront disposés par couches successives et leur calibre sera d'autant plus gros que la couche sera plus éloignée de la base. Un compactage sera fait de chaque couche.

Lorsque la fondation est terminée, la chaussée a un profil très régulier mais elle ne peut être livrée à la circulation dans cet état car elle est particulièrement sensible à l'action de l'eau et de graves désordres ne tarderaient pas à apparaître par temps de pluie. Seule l'imperméabilisation de la surface peut l'en préserver et le bitume est particulièrement bien indiqué pour concourir à la réalisation d'un revêtement ou " tapis " bien étanche à l'eau.

Voici par ordre décroissant de qualité les 4 principales techniques d'utilisation du bitume dans la fabrication des revêtements routiers.

a) Béton bitumineux

Le béton bitumineux est une dispersion homogène de pierres ou de gravillons dans un mortier de sable et de liant bitumineux, ce mortier étant susceptible de faire prise et d'adhérer aux gros éléments répartis dans la masse.

La granulométrie des matériaux est étudiée pour qu'après compactage, la proportion de vide soit inférieure à 4 %. Une certaine proportion (40 % au moins) d'éléments concassés et par conséquent de forme anguleuse est incorporée au mélange pour donner un coefficient de frottement interne satisfaisant ainsi que pour augmenter les qualités antidérapantes du tapis. Il est préférable également que les matériaux soient peu friables et même durs (granit, porphyre, basalte, silex).

Le liant bitumineux qui est ici généralement le C₁ (180-220) ou le C₂ (80-100) représente 6,5 à 7 % du total des matériaux. Il leur est incorporé à chaud (170° environ) dans des malaxeurs et mis en

place sur la chaussée à l'aide d'engins spécialement étudiés pour assurer un profil bien régulier à la chaussée.

L'épaisseur du tapis peut varier de 3 à 10 cm suivant l'importance et la charge du trafic. Après compactage et consolidation un tapis de cette sorte peut être assimilé à une dalle. Il assure une bonne répartition des charges ce qui diminue par conséquent la fatigue de la fondation de support.

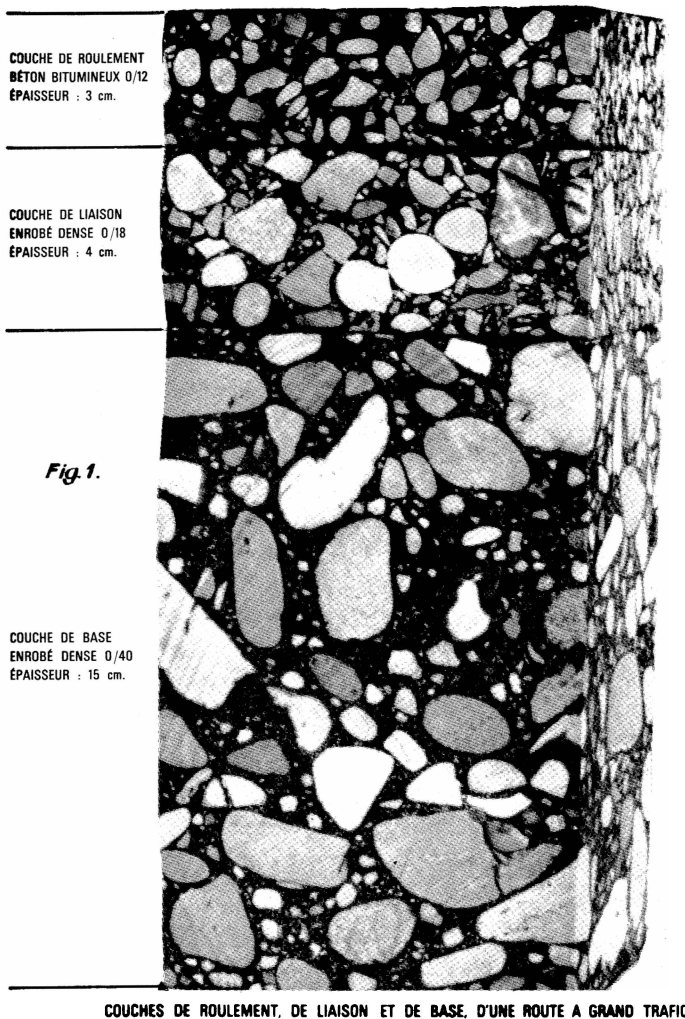
b) Enrobés denses

C'est un béton bitumineux de qualité un peu moins bonne. Les matériaux utilisés sont exclusivement des matériaux locaux, donc pas toujours bien adaptés. La granulométrie est moins soignée si bien que la proportion de vides après compactage peut varier de 5 à 12 %.

Cette technique est d'un prix de revient notablement inférieur à celui de la première, aussi est-elle donc adoptée très fréquemment pour le revêtement de nos routes.

c) Tapis en enrobés ouverts

La fondation est chargée de deux couches successives de gravillons enrobés à froid au cut back 150/200 ou 400/600 pour le bitume macadam ou au goudron de houille pour le tar macadam.



PREPARATION DES BITUMES

La première couche est constituée d'éléments de gros calibre (40/60 mm par exemple), la seconde d'éléments du calibre 20/30 ou 15/25 mm.

Ces deux couches sont mises en place et cylindrées, puis, lorsque le solvant du cut back est évaporé, on ferme le tapis par un épandage superficiel d'émulsion ou de cut back et on gravillonne au grain de riz (éléments de calibre 2 à 5 mm).

d) Tapis en semi-pénétration

Le liant bitumineux est appliqué directement sur la fondation par épandage superficiel d'une émulsion à la dose de 5 litres au mètre carré en deux passes.

L'épandage est suivi d'un gravillonnage et d'un cylindrage avant de livrer la chaussée à la circulation.

De grandes quantités de bitumes sont également utilisées pour l'entretien et la réparation des routes. On emploiera alors surtout les cut backs et les émulsions. Les bitumes purs ne sont en général employés que si l'on est amené à refaire le profil de la route (route bombée ou ondulée). Dans ce cas nous aurons à faire un nouveau tapis qui pourra être constitué de béton bitumineux ou d'enrobés denses.

METHODES DE FABRICATION DES BITUMES DE BASE

Les bitumes de base servant, soit comme bitumes purs, soit à la fabrication des cut backs et des émulsions, peuvent souvent être de simples résidus de distillation de pétrole brut. C'est ce qui se passe notamment avec de nombreux pétroles bruts du Venezuela et du Mexique. Mais il est presque toujours possible de préparer à partir d'autres bruts, notamment ceux du Proche-Orient, des produits bitumineux répondant à toutes les spécifications imposées. On n'a besoin d'ailleurs de ne faire appel qu'à des techniques simples qui viendront affiner les résidus de distillation.

Voici comment s'obtiennent les différentes qualités de bitumes nécessaires au marché à partir d'un pétrole brut du Proche-Orient (Iraq ou Kuwait).

PREPARATION DES BITUMES

Bitumes purs

Nous allons supposer que la raffinerie qui les prépare fabrique simultanément des huiles lubrifiantes et qu'elle dispose par conséquent de brais relativement concentrés en asphaltènes provenant du désasphaltage des résidus pour la préparation des bright stocks et huiles à cylindres.

On pousse la distillation sous vide du résidu atmosphérique, matière première des huiles lubrifiantes, jusqu'à l'obtention d'un résidu court ayant comme pénétration celle du bitume pur le plus fluide soit 180-220. Il sera ensuite facile de préparer les autres bitumes plus durs par addition de brai de désasphaltage dont le point de ramollissement (R et B) est de l'ordre de 60°C et la pénétration comprise entre 10 et 20. La proportion de brai ajoutée sera d'autant plus élevée qu'on désire obtenir un bitume plus dur.

La suite des opérations effectuées pour la préparation des bitumes C₁ à C₄ est résumée par le schéma n°1 ci-après.

BITUMES INDUSTRIELS

Les bitumes industriels se classent en deux catégories :

a) Bitumes purs C₁ à C₇ dont les caractéristiques sont indiquées dans le tableau V. Plusieurs d'entre eux figurent déjà dans le groupe des bitumes routiers.

b) Bitumes oxydés ou soufflés D₁, D₂ et D₃. Leurs caractéristiques font l'objet du tableau VI.

Application des bitumes industriels

Les applications des bitumes industriels sont très variées et nous ne pourrions en citer que les principales :

1. - Etanchéité

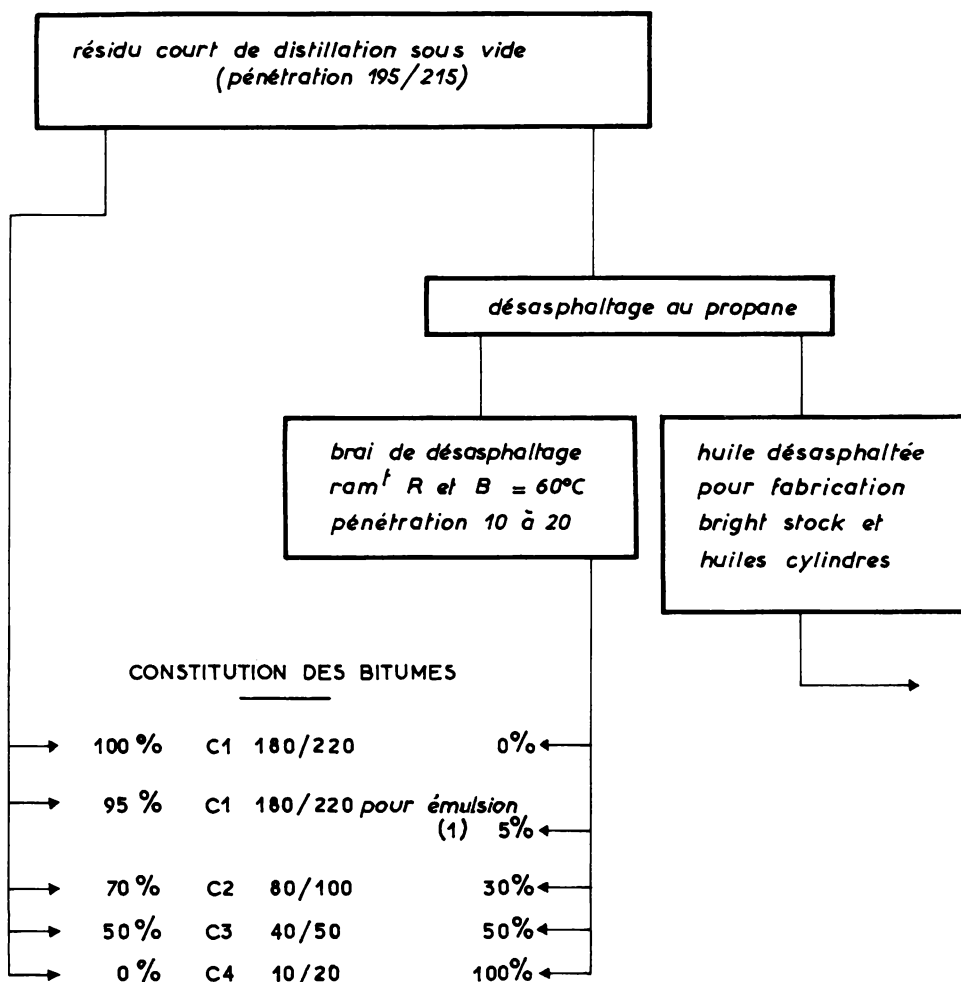
L'industrie de l'étanchéité comprend : l'imperméabilisation à l'eau de toute toiture et terrasse, la protection de cuvelage de puits, de lits de canaux, de barrage, etc.

(Voir la suite page 132)

PREPARATION DES BITUMES

SCHEMA N°1

BITUMES PURS



- (1) Le bitume pour émulsion est additionné de 1,5 % en poids de tall oil de Norvège qui le rend émulsionnable s'il ne l'est pas naturellement. On y ajoutera éventuellement une très petite quantité (de l'ordre de 0,1 %) d'une saumure constituée par NaCl et NaOH dans l'eau. Suivant la proportion de saumure ajoutée, l'émulsion sera plus ou moins visqueuse et on pourra ainsi l'ajuster à la valeur demandée par l'utilisateur.

PREPARATION DES BITUMES

CUT BACKS

Les cut backs courants se préparent à partir de bitume 80/100 et de pétrole lampant suivant le schéma n° 2 ci-après.

Schéma N° 2

CUT BACKS - TYPES COURANTS

Constituants	Spécifications
a) Bitume	C ₂ 80/100
b) Solvant (Pétrole)	
Distillation Engler A. S. T. M.	
Début	160/170°
5 %	165/177°
50 %	185/190°
95 %	205/215°
Point final	≤ 225°
Inflammabilité Luchoire	> 40°C
Masse vol. à 15°C	0,785 environ

CONSTITUTION

	Bitume C ₂ 80/100	Pétrole lampant
Cut back 0/1	65 à 61	35 à 39
Cut back 10/15	78 à 76	22 à 24
Cut back 50/100	85 à 83	15 à 17
Cut back 150/250	86,3 à 85,5	13,7 à 14,2
Cut back 400/600	88,7 à 88,3	11,3 à 11,7

PREPARATION DES BITUMES

Schéma N ° 3

CUT BACKS A SECHAGE RAPIDE (R.C.)

Types correspondant aux grades RC3 et RC4 américains

Constituants	Spécifications
a) Bitume	C ₂ 80/100
b) Solvant (Naphta)	
Distillation Engler (A. S. T. M.)	
Début	140/150
5 %	150/155
50 %	160/165
95 %	180/185
Point final	≤ 195
Inflammabilité Luchaire	> 20
Masse vol. à 15°	0,770 environ

CONSTITUTION

	Bitume C ₂ 80/100	Solvant (naphta)
Cut back 25/75	83 à 79 %	17 à 21 %
Cut back 100/250	86 à 82,5 %	14 à 17,5 %

TABLEAU V
Bitumes industriels

Grade	C. 1 180/220	C. 2 80/100	C. 3 40/50	C. 4 30/40	C. 4 10/20	C. 5 70/100	C. 6 100/130
Ramollissement (R et B)	34-43	41-51	47-60	50-62	55-68	70/100	100-130
Pénétration à 25 °C 100 g 5 s	180-220	80-100	40-50	30-40	10-20		
Densité à 25 °C	1,00 à 1,07	1,00 à 1,07	1,00 à 1,1	1,00 à 1,1	1,00 à 1,1		
Pertes au chauffage 5 h à 163 °C	< 2 %	< 2 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %		
Pourcentage de pénétration res- tante par rapport à la pénétration initiale après pertes au chauffage	> 70 %	> 70 %	> 70 %	> 70 %	> 70 %		
Point d'inflammabilité Cleveland V.O.	> 230 °C	> 230 °C	> 250 °C	> 250 °C	> 250 °C		
Ductilité à 25 °C	> 100	> 100	> 60	> 60	> 25		
Solubilité dans le C.S ₂	> 99,5	> 99,5	> 99,5	99,5	99,5		

TABLEAU VI
Bitumes oxydés

[illegible]

PREPARATION DES BITUMES

Cette industrie utilise pratiquement toute la gamme des bitumes, soit directement sur chantier ou en usine pour la fabrication de chapes d'étanchéité (roofing) et mastic.

Il existe plusieurs qualités de roofing :

- a) Cartonfeutre imprégné à cœur d'un bitume pur C_1 , C_2 ou C_3 et surfacé avec un bitume oxydé $D_1 - 85/25$ ou $D_1 - 90/40$.
Le surfacage peut se faire sur une face ou sur les deux faces.
Pour une même armature (cartonfeutre) l'épaisseur de la chape peut varier d'une qualité à une autre, dans ce type de fabrication, de 2 à 6 mm.
- b) Toile de jute imprégnée et surfacée au bitume oxydé uniquement ($D_1 - 85/25$ ou $D_1 - 90/40$).
- c) Chape métallisée. Il s'agit des fabrications précédentes complétées par un revêtement d'une pellicule de cuivre ou d'aluminium ; appliquée à chaud sur l'une des faces.
- d) Chape spéciale constituée d'une feuille d'aluminium gaufrée ou billée sur laquelle est coulé, sur 2 à 3 mm d'épaisseur, un bitume oxydé $D_1 - 85/25$ ou $D_1 - 90/40$.

Pour ces différentes fabrications, l'imprégnation est opérée à une température voisine de 200°C et le surfacage vers 150°C .

2. - Couvre-parquet

Le couvre-parquet est constitué d'un carton feutre imprégné de bitume $C_3-30/40$ ou $40/50$. L'une des faces est agrémentée de dessins ou de fleurs par applications de peinture à l'huile.

L'imprégnation est faite vers 200°C , tandis que la décoration et la finition sont effectuées à la température ambiante.

Le couvre-parquet se trouve dans le commerce sous les marques : balatum, rémoléum, congoléum, etc.

3. - Câbles et Electricité

Les bitumes ont de larges applications dans l'industrie de l'électricité :

- a) La gaine de protection isolante des câbles électriques et téléphoniques nécessite l'emploi de bitume ;

PREPARATION DES BITUMES

- b) Les boîtes de jonction de câbles sont également garnies d'un compound à base de bitume ;
- c) Le bitume entre aussi dans la fabrication des bacs de batterie d'accumulateurs, etc.

4. - Aqueducs, oléoducs et gazoducs

Les canalisations pour le transport de l'eau et du gaz sont protégées contre l'oxydation par une application de bitume, opérée par trempage des tubes dans un bain maintenu à température élevée.

Les oléoducs, destinés au transport des hydrocarbures, sont protégés extérieurement par un revêtement de bitume.

Voici comment on l'applique :

Un nettoyage rigoureux est effectué tout d'abord par passage d'un engin automoteur comportant une série de couteaux racleurs et de brosses métalliques tournant autour du tube. Un deuxième engin dépose

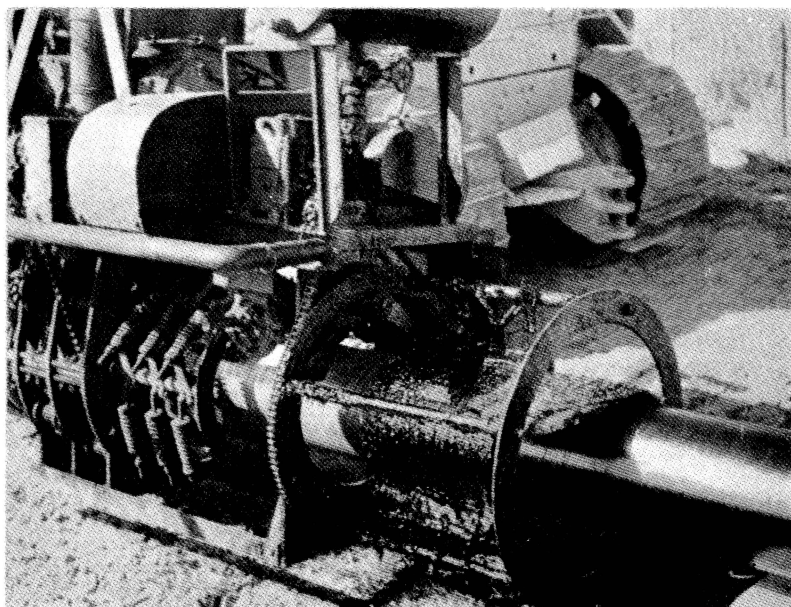


Fig.2. Machine automotrice pour le décapage des tubes et l'application de la peinture bitumineuse d'accrochage.

PREPARATION DES BITUMES

sur le tube ainsi nettoyé une mince couche de peinture bitumineuse à séchage rapide, dont le but est d'assurer une parfaite adhérence de l'émail protecteur avec l'acier.

La peinture étant sèche, ce qui peut demander une demi-heure, un troisième engin dépose sur le tube le produit de protection proprement dit. Ce produit à base de bitume chargé ou non est répandu à chaud sur une épaisseur de 3 à 4 mm. Un voile de verre immédiatement posé joue le rôle d'armature en pénétrant dans le bitume et l'on complète la protection par un papier bitumé enveloppant l'ensemble.

Le tube ainsi protégé est vérifié à l'aide d'un "balai électrique" fonctionnant sous 10 000 volts, dont le but est de détecter les imperfections du revêtement, qui sont aussitôt réparées.

5. - Caoutchouc

Le bitume est utilisé comme plastifiant dans la fabrication des pneumatiques.

6. - Peintures et vernis

Certaines qualités de peinture et de vernis sont fabriquées à base de bitume.

Ces produits sont principalement utilisés pour la protection de coque des bateaux, des installations maritimes et fluviales, des pylônes électriques, etc.

7. - Isolement thermique et insonorisation

Le bitume entre dans la composition des agglomérés de liège ou autres matériaux pour la confection de calorifuges, ainsi que pour l'insonorisation des habitations et des carrosseries automobiles.

Indépendamment de ces diverses applications, les bitumes sont encore utilisés :

Dans l'industrie chimique

Dans l'imperméabilisation de papier d'emballage

Dans la fabrication de certaines graisses industrielles

Pour la fabrication d'agglomérés de fines de charbon (boulets et briquettes)

Pour le graissage des tourillons de laminoir, etc.

AGGLOMERATION DES FINES DE CHARBON

La mécanisation des procédés d'extraction, et surtout la nature des gisements de charbon français, amènent la production d'une très importante quantité de fines (éléments inférieurs à 5 mm).

L'agglomération de ces fines sous la forme de boulets ou de briquettes facilite beaucoup leur commercialisation, et la production française d'agglomérés atteint chaque année environ 7 millions de tonnes. Ce chiffre est bien supérieur à celui atteint dans les autres pays producteurs : Etats-Unis, Angleterre, Allemagne, Belgique, etc.

Cette activité, concentrée dans les bassins houillers eux-mêmes et sur le littoral, exige la mise en œuvre de quelque 500 000 tonnes par an de liant.

Jusqu'à ces dernières années, la France utilisait principalement pour cette application le brai de houille, résidu de la distillation des goudrons. Or, la production métropolitaine de brai de houille ne dépasse guère 200 000 tonnes. Le complément, soit 300 000 tonnes environ, doit être importé.

Des études ont été effectuées, en collaboration avec le Centre d'études et de recherches des Charbonnages de France (C. E. R. CHAR) et les Houillères du Nord et du Pas-de-Calais, celles des Cévennes et les importateurs de charbon du littoral en vue de la substitution du bitume au brai de houille.

Problèmes posés par l'utilisation du bitume

La substitution du bitume au brai de houille présentait cependant quelques difficultés :

1. - La susceptibilité à la température des bitumes durs classiques, qui est beaucoup plus faible que celle des brais de houille, se traduisait par un durcissement plus lent des agglomérés.

Pour obvier à cette difficulté, le C. E. R. CHAR a étudié et mis au point un système de refroidissement des agglomérés particulièrement efficace.

2. - La constitution hydrocarbonée du bitume dur classique est telle que l'ossature de coke qui se forme au sein des agglomérés, au

PREPARATION DES BITUMES

cours de la période de précombustion dans les foyers, était trop fragile pour assurer à elle seule une tenue au feu satisfaisante jusqu'au terme de la combustion.

Les facteurs régissant la tenue au feu des agglomérés ont été longuement analysés. Les études effectuées ont apporté une solution satisfaisante à ce problème particulier. On sait produire maintenant des bitumes durs bien adaptés aux exigences de la combustion, soit en prenant comme matière première des résidus de cracking, soit en oxydant des asphaltes provenant de résidus de distillation sous vide précipités au propane.

Les procédés de fabrication des agglomérés

L'emploi de produits du pétrole peut être envisagé sous deux formes distinctes :

- a) Incorporation sous forme broyée aux fines de charbon ;
- b) Pulvérisation sous forme liquide sur les fines de charbon.

Les deux installations diffèrent dans le dispositif d'alimentation en liant. Dans les installations au bitume broyé, le liant est stocké dans de vastes fosses de plusieurs milliers de tonnes de capacité, pour être repris, puis broyé dans des concasseurs et broyeurs spéciaux et amenés par bandes transporteuses jusqu'aux malaxeurs. Les installations pour "bitume liquide" ne nécessitent qu'un bac de stockage réchauffable et un four permettant par passage dans un serpentin d'amener le bitume à la température de pulvérisation.

Les dispositifs de malaxage, agglomération, refroidissement et stockage des boulets, sont communs aux deux types d'installation.

OXYDATION DES BITUMES

Le résidu sous vide de brut du Moyen-Orient, et l'asphalte qui en est extrait par traitement au propane, sont des systèmes colloïdaux du type "sol" c'est-à-dire des suspensions colloïdales liquides. Les bitumes obtenus par mélange de ces deux bases ont donc aussi des caractéristiques de "sol", et offrent aux sollicitations mécaniques une réponse essentiellement visqueuse.

Ces bitumes, pleinement satisfaisants pour la plupart des utilisations - ils obéissent, en particulier, à toutes les spécifications des

PREPARATION DES BITUMES

Travaux publics français - ne sont cependant pas conformes, pour les grades durs, aux qualités internationales, en ce qui concerne :

Le point de ramollissement (méthode Bille et Anneau) et son corollaire ;

L'indice de pénétration, critère d'élasticité ;

La tenue au froid (point de Fraass).

Pour des raisons analogues, ils ne se prêtent pas aux applications industrielles telles que l'imprégnation et le surfacage des feutres, jutes, cartons, etc.

Il est nécessaire, pour doter des caractéristiques convenables les bitumes ex- Moyen-Orient obtenus par distillation sous vide ou désasphaltage au propane, de leur donner la structure d'un "gel" c'est-à-dire d'une masse visco-élastique.

Cette transformation est réalisée en augmentant par un traitement approprié la proportion de matière dispersée, c'est-à-dire d'asphaltènes (matières hydrocarbonées de Mm # 1 000, insolubles dans l'heptane normal), dans le médium huileux (maltènes).

Le traitement le plus utilisé est l'oxydation par soufflage d'air.

Pratique de l'oxydation

On trouvera sur la figure 3 un schéma d'unité de soufflage des bitumes. Nous en avons représenté 2 sections, l'une continue, l'autre discontinue. La section continue est employée pour la préparation des bitumes routiers dont on fabrique généralement des tonnages importants, l'autre sert plutôt à la préparation de bitumes dits industriels, dont les spécifications peuvent être plus difficiles à réaliser.

1. - Réactions mises en jeu

L'oxygène de l'air réagit avec les composants du bitume pour donner naissance à des molécules du type asphaltènes, de deux façons principales :

Par formation d'esters $R-COOR'$

Par déshydrogénation et création de liaisons carbone-carbone.

L'importance relative de ces deux réactions dépend surtout de la température.

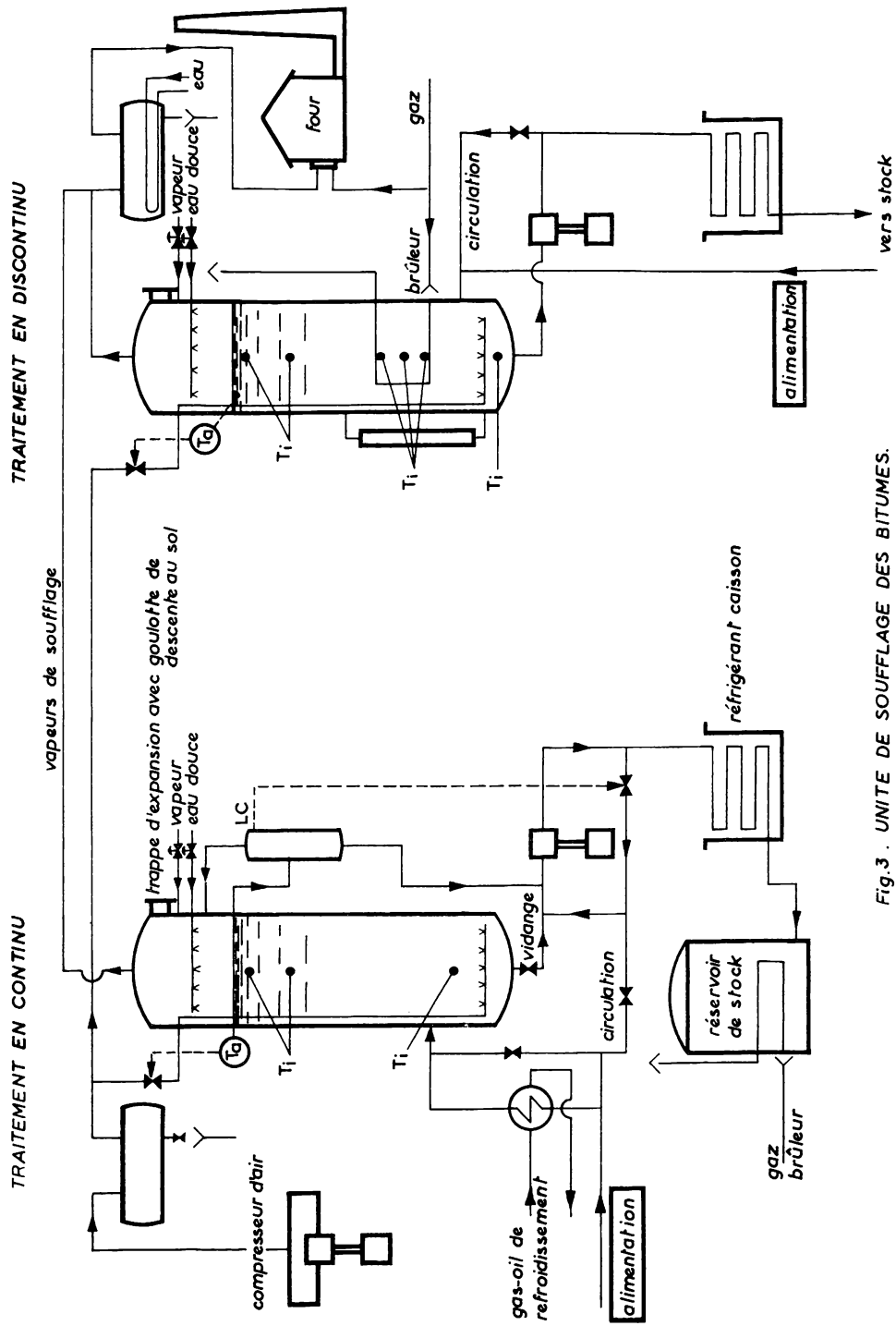


Fig.3 . UNITE DE SOUFFLAGE DES BITUMES.

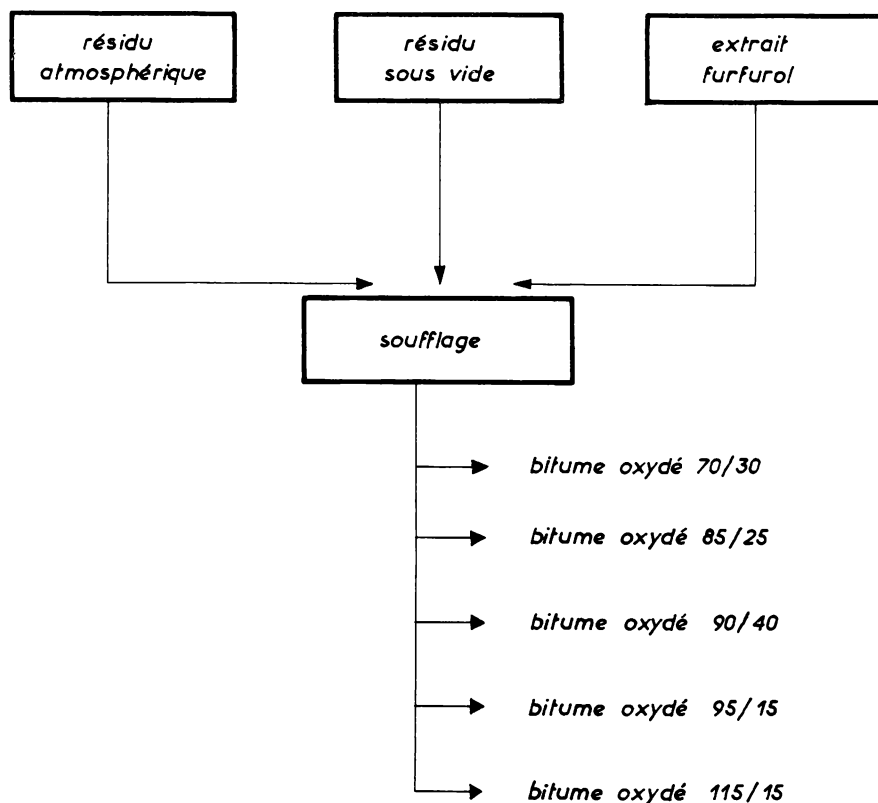
2. - Facteurs de réglage

Nature de la charge

La base à souffler est rarement simple. On incorpore au résidu sous vide des fractions hydrocarbonées diverses : résidu atmosphérique, extrait de traitement des huiles au furfural, distillats sous vide ..., selon les caractéristiques cherchées et suivant le schéma n° 4 ci-après.

SCHEMA N°4

BITUMES OXYDÉS



Le soufflage est généralement effectué en discontinu.

PREPARATION DES BITUMES

La proportion des constituants varie en fonction de la qualité ou du grade du bitume à produire. Elle est dictée par l'expérience : il est difficile, en particulier, de préjuger de la compatibilité mutuelle des bitumes servant à l'imprégnation et au surfacage.

D'une manière générale, la base est d'autant plus fluide, pour une pénétration finale déterminée, que l'on désire un point de ramollissement plus élevé.

Facteurs concernant l'air soufflé

L'évolution des caractéristiques par soufflage d'air à un débit constant en m^3/h suit la loi :

$$R = R_0 \cdot e^{\alpha t}$$

$$\log P = \log P_0 \cdot e^{-\beta t}$$

R_0 et P_0 : Ramollissement et pénétration de la base

R et P : Ramollissement et pénétration après t heures de soufflage

α et β : Constantes dépendant de la nature de la charge et des conditions opératoires (en particulier de la température).

Une relation unit donc pénétration et ramollissement au cours du soufflage. Elle est de la forme, A et B étant des constantes :

$$\log R + A \log \log P = B$$

A chaque étape de cette évolution correspond un débit d'air spécifique :

$$\frac{\text{m}^3 \text{ air}}{\text{t}^\circ \text{ bitume}}$$

Température

Le soufflage n'est efficace qu'au-dessus d'un seuil de température de l'ordre de 200° . Au-delà, le temps de soufflage et la quantité d'air nécessaire sont réduits de moitié pour une augmentation de température de 25° .

PREPARATION DES BITUMES

La loi est de la forme :

$$t = K \log \frac{\log P}{\log P_0} e^{-k' (T - 200)}$$

T : Température en °C

K et k' : Constantes.

On dépasse cependant rarement 250°, car des réactions parasites interviennent, qui réduisent l'efficacité de l'air, et nuisent à la qualité du bitume obtenu. Vers 300° les réactions exothermiques s'emballent et deviennent très difficiles à contrôler.

Promoteurs de soufflage

Il est possible d'accélérer considérablement les réactions de soufflage au moyen d'additifs tels que P_2O_5 , $FeCl_3$...

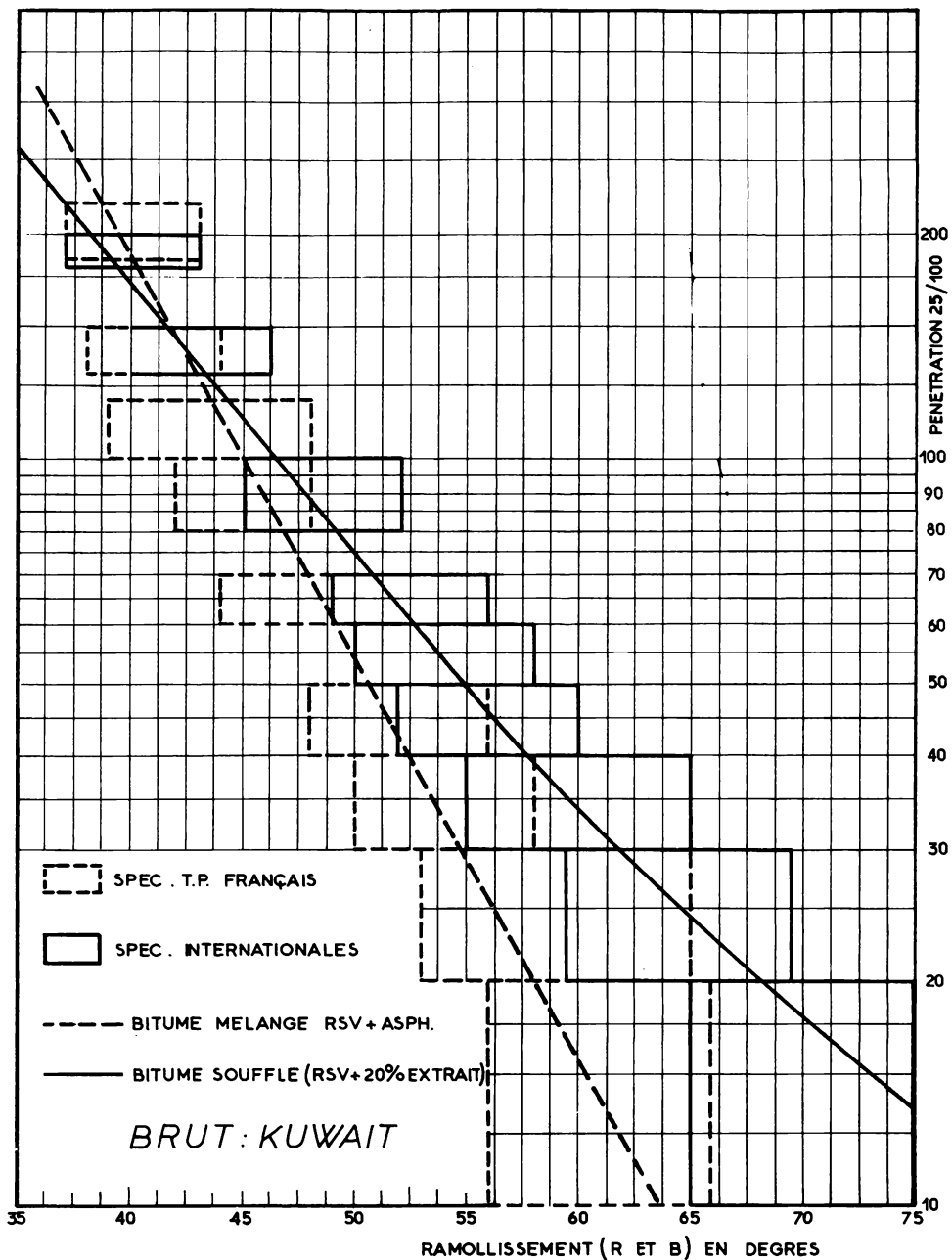
La présence de ces accélérateurs dans le produit fini nuit cependant à la stabilité du bitume obtenu.

Résultats

Le tableau VII montre les modifications apportées aux caractéristiques des bitumes par le soufflage.

TABLEAU VII
Amélioration des caractéristiques par soufflage
(bitumes ex-Kuwait)

Qualité	% asphaltènes		Ram. R B °C		Point de Fraass °C		
	Bitume normal	Bitume oxydé	Bitume normal	Bitume oxydé	Bitume normal	Bitume oxydé	Spécif.suisse (maximum)
180/200	4	10	38	37	- 18	- 19	- 18
130/150	5	11	42	42	- 16	- 18	- 15
80/100	5,5	12,5	46	48	- 11	- 17	- 12
60/70	7,5	14,5	47	52	- 6	- 16	- 10
40/50	8	17,5	51	56	0	- 14	- 8
30/40	9	20	55	62	+ 6	- 12	- 5



Graphique 1. Amélioration des caractéristiques par soufflage.

PREPARATION DES BITUMES

Nous avons vu aussi que le soufflage permet, par oxydation d'asphalte dans de sévères conditions, d'obtenir un brai à indice Conradson élevé pour l'agglomération des fines de charbon.

Sur le graphique n° 1 nous avons dessiné des rectangles qui délimitent les points de ramollissement et pénétration correspondant aux spécifications françaises et internationales. Ces dernières à pénétration égale exigent des points de ramollissement plus élevés. On voit que les bitumes préparés simplement par mélange de résidu sous vide et d'asphalte ne satisfont généralement pas aux spécifications internationales, alors que les bitumes préparés par soufflage d'une matière première plus fluide (résidu sous vide + % extrait furfurol) ont une courbe représentative qui passe à travers tous les rectangles des spécifications internationales.

CINQUIÈME PARTIE

CHAPITRE XVIII (1)

LE RAFFINAGE DU PÉTROLE DANS LE MONDE ET EN FRANCE

CAPACITE MONDIALE DE RAFFINAGE

Les premiers tonnages importants de pétrole brut qui furent obtenus aux U. S. A. après la découverte de Drake en 1859 étaient simplement distillés pour en retirer le pétrole lampant. Tout le reste était soit détruit sur place par combustion, soit repompé dans les puits abandonnés.

Le pétrole obtenu par distillation ne fut pas toujours d'aussi bonne qualité que celui que Drake avait obtenu à Titusville et il fallut bientôt construire, à côté des chaudières de distillation, des "agitateurs" permettant d'épurer ce pétrole lampant à l'acide sulfurique et à la soude. Ce furent là les premières raffineries et elles étaient généralement situées près des lieux d'extraction du pétrole brut.

Bientôt l'essence put, elle aussi, être utilisée dans les lampes en attendant de passer dans les carburateurs des premiers moteurs d'auto. La consommation s'accrut rapidement, surtout dans les grandes villes, et il fut aussi reconnu, dans le même temps, nécessaire d'exporter de l'essence et du pétrole dans le monde entier. Les raffineurs américains construisirent donc de nouvelles usines auprès des grands centres de consommation et des ports, tandis que les raffineurs européens s'installaient près des ports d'importation de pétrole brut. Les unités de raffinage grandirent comme la consommation et les raffineries de pétrole devinrent progressivement de grandes usines.

La capacité mondiale de raffinage a naturellement toujours été

(1) Les chiffres dont il est fait usage dans ce chapitre ont été extraits pour la plupart des *Eléments statistiques* publiés pour l'année 1962 par le Comité Professionnel Français du Pétrole.

RAFFINAGE

supérieure à la production annuelle du pétrole brut et en 1962, en regard d'une production de 1 210 millions de tonnes de pétrole brut, la capacité mondiale de raffinage était approximativement de 1 319 millions de tonnes se répartissant comme suit :

TABLEAU I
Capacités de raffinage au 1. 1. 1962

	en milliers T/an	%
Amérique du Nord	548 330	41. 57
Europe de l'Ouest	232 295	17. 61
Bloc soviétique	187 800	14. 24
Amérique latine	168 955	12. 81
Extrême-Orient	94 200	7. 14
Moyen-Orient	82 120	6. 22
Afrique	5 400	0. 41
Total	1 319 100	100. 00

La capacité des raffineries des Etas-Unis est de 500 300 000 tonnes/an et celle des raffineries du Canada de 48 030 000 tonnes.

En Europe de l'ouest c'est la Grande-Bretagne qui avait au début de 1962 la plus grande capacité de raffinage annuelle avec 50 270 000 tonnes. La France suivait avec 43 250 000 tonnes et quatre nouvelles raffineries en construction ou en projet : deux à Strasbourg, une à Lyon et une à Fos sur mer. La capacité globale de ces quatre raffineries sera d'environ 12 millions de tonnes qui, s'ajoutant aux précédentes, porteront la capacité du raffinage français à 55 millions de tonnes/an en 1964.

Les raffineries italiennes ont une capacité totale sensiblement équivalente à celle des usines françaises avec 42 890 000 tonnes/an. Il y a d'autre part plusieurs raffineries en projet et si ces projets sont réalisés, ils apporteront à l'Italie une capacité complémentaire de 18 millions de tonnes par an.

En Allemagne de l'ouest la construction des raffineries a été également très active depuis la fin de la guerre, puisque la capacité réalisée au début de 1962 était de 41 230 000 tonnes/an. Les projets annoncés dépassent 20 millions de tonnes, soit par agrandissement des raffineries existantes, soit par construction de nouvelles usines, surtout sur le trajet du pipe-line sud-européen.

RAFFINAGE

Mentionnons également les Pays-Bas avec une capacité de raffinage de 22 950 000 tonnes et la Belgique avec près de 9 millions de tonnes. Les autres nations de l'Europe de l'ouest ont des capacités de raffinage en 1962 qui s'étagent entre 4 300 000 tonnes pour l'Espagne et 1 000 000 tonnes pour le Danemark.

EVOLUTION DE L'INDUSTRIE DU RAFFINAGE EN FRANCE

L'industrie du raffinage du pétrole brut en France a pris naissance vers l'année 1863.

A ses débuts, elle fut naturellement fort modeste et son objet principal était la fabrication du pétrole lampant. Jusqu'en 1883, la matière première était importée en barils et on s'empressait d'empiler ceux-ci en silos couverts de terre pour éviter son évaporation en attendant la "campagne" annuelle de raffinage un peu plus longue que celle de l'industrie du sucre de betterave aujourd'hui, puisqu'elle s'étendait du premier septembre au premier mai. Entre-temps, le personnel de fabrication était mis à la disposition de l'agriculture et il rejoignait les raffineries après la moisson.

Aux approches de 1900, un bon nombre d'usines étaient cependant équipées de réservoirs pour le stockage en vrac et on commençait à distribuer de l'essence en bidons de 5 litres aux quelques automobilistes qui sillonnaient les routes de France. C'était une essence très légère, de densité 0,680 environ, et dont la grande volatilité convenait aux carburateurs "à léchage" de l'époque.

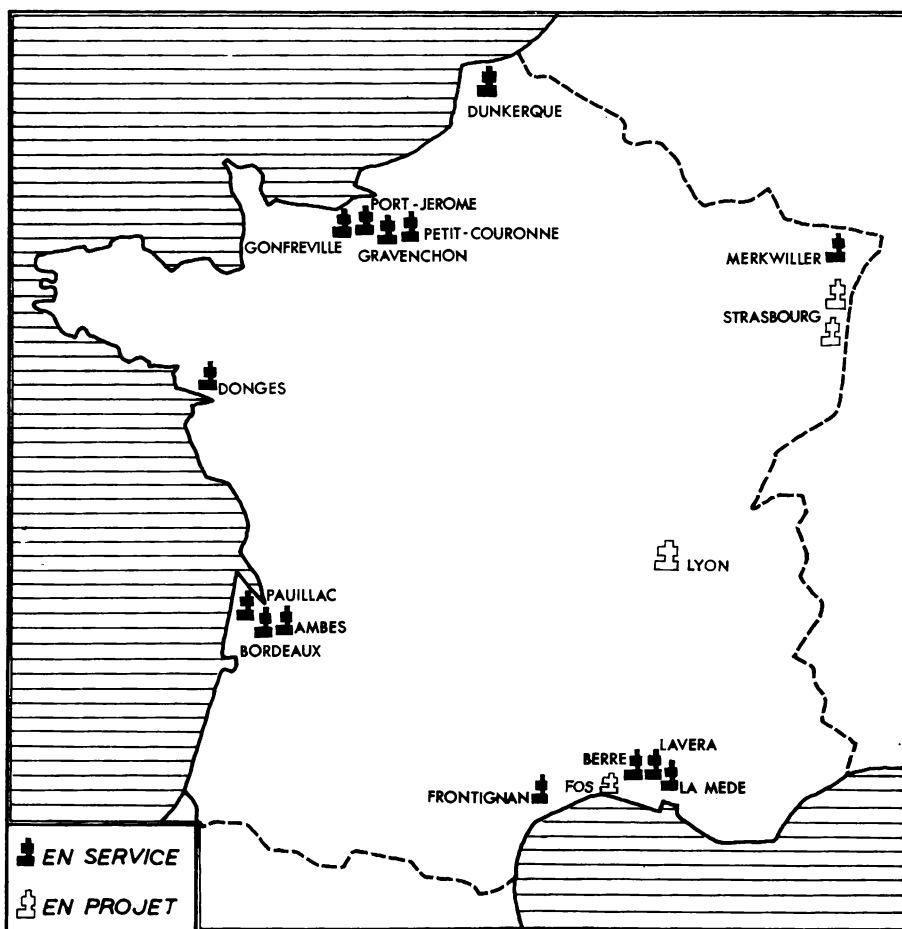
A vrai dire, si la consommation de produits pétroliers, en France, n'a cessé de croître de 1864 (35 000 tonnes) à 1913 (700 000 tonnes), il s'en faut de beaucoup que l'industrie du raffinage ait suivi cette progression pendant cette période. On doit constater au contraire, qu'à partir de 1903 où fut promulguée une loi instaurant une taxe d'importation sur les pétroles bruts entrant en raffineries, l'activité relative de celles-ci ne fit que diminuer d'année en année. La proportion de pétrole brut et de produits raffinés importés qui était de 94 contre 6 en 1900 s'abaissa progressivement à 28 contre 72 en 1913.

Ce sont les lois de 1928 sur le statut du raffinage du pétrole qui ont véritablement fait renaître cette industrie en France et assuré son développement. Aussitôt le vote de leurs articles qui assuraient une protection jugée suffisante aux opérations de raffinage (une dizaine de francs à l'hectolitre pour l'essence et une trentaine de francs par quintal pour les huiles de graissage), les constructions de nouvelles raffineries étaient décidées.

RAFFINAGE

A cette époque, il n'y en avait que deux en activité : celle de Courchelettes près de Douai dans le Nord, avec une capacité de 150 000 tonnes par an, et celle de Merkwiller en Alsace qui distillait le brut obtenu dans cette région, soit environ 50 000 tonnes par an.

De 1928 à 1938 , douze autres raffineries sortirent de terre, de Dunkerque à l'Etang de Berre, et au moment de la guerre, la capacité totale de distillation des raffineries françaises était de 8 180 000 tonnes par an. A la libération, cette capacité, par suite des destructions opérées par les deux camps, se trouvait réduite à 2 500 000 tonnes, mais elle n'a cessé de croître depuis quinze ans et elle atteignait à la fin de 1962, 43 250 000 tonnes.



RAFFINAGE

Le tableau II ci-dessous indique quelques étapes de cette progression.

TABLEAU II
Capacité globale des raffineries françaises

	1928	1938	1944	1949	1952	1955	1958	1962
Nombre de raffineries	2	14	8	11	13	13	13	14
Capacités de distillation (en milliers de tonnes par an)	200	8 180	2 500	13 005	24 520	30 235	35 545	43 250
Capacité de reforming (en tonnes par jour)		550		4 020	9 005	12 665	17 285	20 060
Capacité de cracking (en tonnes par jour)		1 950	700	2 230	3 800	11 810	17 332	18 382
Brut traité (en milliers de tonnes par an)		6 886	303	11 528	21 493	25 086	29 791	39 863

Il vous intéressera de savoir comment se répartit la capacité de distillation en 1962 entre les raffineries françaises (voir tableau III page 160).

On voit que la capacité moyenne des raffineries françaises est de $43\,250/14 = 3\,090\,000$ tonnes par an.

Le tableau II montrait qu'en cette même année les raffineries françaises ont traité 39 863 000 tonnes de pétrole brut. Voici la décomposition de ce tonnage en milliers de tonnes, par origine :

TABLEAU IV

Origine du brut	Tonnage en milliers de tonnes
Proche-Orient	20 901
Amérique du Sud.	2 605
U. R. S. S.	91
Zone franc	16 016
Divers (Lybie)	250
	39 863

RAFFINAGE

TABLEAU III

	Capacité en milliers de tonnes par an	Pourcentage du total
<u>Nord et Est</u>		
Dunkerque (S.F.B.P.) ...	2 800	
Merkwiller (Antar).....	<u>210</u>	3 010
		7
<u>Seine-Maritime</u>		
Gonfreville (C.F.R.).....	6 600	
Port-Jérôme (Esso).....	3 800	
Petit-Couronne (Shell-Berre).....	5 500	
Notre-Dame-de-Gravenchon (Mobil-Oil).....	<u>1 100</u>	17 000
		39, 3
<u>Atlantique</u>		
Donges (Antar)	4 000	
Pauillac (Shell-Berre)....	400	
Ambès (Caltex)	1 300	
Bordeaux (Esso)	<u>1 600</u>	7 300
		17
<u>Méditerranée</u>		
Frontignan (Mobil-Oil) ...	1 740	
La Mède (C.F.R.)	6 000	
Berre (Shell-Berre).....	4 200	
Lavéra (S.F.B.P.)	<u>4 000</u>	15 940
		36, 7
Total	43 250	100 %

RAFFINAGE

Nous indiquons dans le tableau V page 162 les expéditions de produits des raffineries françaises. La différence entre le tonnage de pétrole brut traité et celui des produits expédiés est constituée par le combustible nécessaire au raffinage, les pertes en fabrication et les différences de stocks de tous produits entre le commencement et la fin de l'année.

On y voit notamment qu'en 1962 la quantité totale de produits expédiés par les raffineries a été de 36 485 100 tonnes et nous verrons plus loin que le marché intérieur français (économie civile) en a consommé 30 044 200 tonnes, non compris les consommations propres des raffineries et le marché des soutes.

Le tableau VI ci-après et les suivants, donnent un certain nombre de renseignements intéressants sur les consommations du marché intérieur français.

La progression moyenne annuelle est de 1 300 000 tonnes environ.

La dernière décennie comporte trois années anormales. En 1952 et 1959, le ralentissement de l'activité économique a freiné les consommations. En 1957, c'est la crise de Suez qui, nous ayant privés de nos moyens traditionnels d'approvisionnements en pétrole brut, a provoqué une sérieuse perturbation dans l'alimentation du marché intérieur.

Si nous analysons maintenant le taux d'accroissement de la consommation française en divers produits de 1961 à 1962, nous pouvons résumer comme suit les remarques que le Comité Professionnel du Pétrole a publié dans ses éléments statistiques de 1962 :

1. Carburants auto

La consommation de carburant auto en 1962 a été de 6 359 400 tonnes (8 752 600 m³) soit 7,7 % de plus qu'en 1961 alors que le parc automobile a augmenté beaucoup plus.

La baisse de consommation spécifique par véhicule que l'on constate tient surtout aux causes suivantes :

Le poids moyen des véhicules est en baisse alors que le rendement des moteurs est en hausse ;

TABLEAU V

Expéditions des raffineries
(en milliers de tonnes par an)

Années	Butane Propane	Essences	White spirit	Pétrole carburateurs	Gas-oil Diesel	Fuel-oils	Huiles et graisses	Bitumes	Divers	Total
1952	262, 2	4 687, 6	46	552, 8	3 282, 5	9 947	332, 7	745, 6	31	19 887, 4
1953	322, 2	5 085, 8	41, 4	552, 6	3 104, 9	10 711, 7	393, 2	848, 9	51, 9	21 112, 6
1954	401, 6	5 368, 7	46, 1	787, 8	3 328, 7	10 528, 8	464, 5	1 001, 5	80, 8	22 008, 5
1955	471, 8	5 305, 9	49, 4	869, 8	3 675, 8	10 932, 9	552, 5	1 093, 6	94, 2	23 045, 9
1956	571, 8	5 614, 9	53, 1	980, 3	3 757, 7	12 190, 5	582	1 118	117, 4	24 985, 7
1957	644, 1	5 572, 1	56, 8	833, 7	3 024, 4	11 341, 0	561	1 150, 7	126	23 309, 8
1958	791, 1	5 920, 9	61, 9	844, 8	3 782, 4	13 686, 8	551, 1	1 098, 8	353, 8	27 091, 6
1959	862, 5	6 126, 5	67, 4	1 153, 1	3 205, 6	13 800, 9	610, 7	1 252, 7	545, 4	27 624, 8
1960	905, 2	6 471, 8	71, 5	1 343, 1	3 484, 4	14 680, 5	653	1 371, 3	669, 9	29 650, 7
1961	1 010	7 192, 6	78, 7	1 572, 9	4 213, 4	16 465, 3	679, 9	1 591	748, 3	33 552, 1
1962	1 109, 4	7 140, 8	76, 6	1 701, 4	4 493, 3	18 517, 2	693, 5	1 612, 8	1 140, 1	36 485, 1
% en 1962	3, 04	19, 57	0, 21	4, 66	12, 32	50, 75	1, 90	4, 42	3, 13	100, 00

TABLEAU VI
Consommations du marché intérieur français
(Economie civile)

Années	Gaz incondensables	Gaz liquéfiés	Bases pétrochimie	Distillat léger G.D.F.	Essences aviation	Carburants auto	Essences spéciales	White spirit	Carbu- réacteur	Pétrole lampant	Gas-oil
1938		41, 5			49, 7	2 646	14, 7	14, 8		134, 5	304
1947		34, 2			50, 7	1 688	28, 8	21, 6		159, 7	537, 8
1948		44, 1			73, 9	1 492	32, 5	28, 1		164, 9	639, 7
1949		77, 9			71, 9	1 913	35, 5	25, 2		129, 7	751, 7
1950		116, 2			78, 6	2 501	32, 8	25	6, 7	101	882, 5
1951		163, 8			89, 2	2 797	40, 5	32, 2	16	103	1 036, 6
1952		214	2, 6		96	3 163, 7	39, 1	32, 3	26, 8	99, 1	1 042, 6
1953		272, 6	14, 9		101, 1	3 493, 3	42, 4	34, 3	47, 5	98, 1	1 203, 3
1954	18, 2	339, 5	25, 3		118, 7	3 773, 9	49, 4	37, 6	60, 1	97, 7	1 327, 9
1955	19, 2	415, 8	30, 2		125, 8	4 229, 6	52, 8	41, 8	78, 4	103, 4	1 500, 1
1956	22	516	40		159, 5	4 482, 1	61, 4	47, 5	97, 1	111, 2	1 554, 2
1957	63, 8	583, 6	58, 6	1, 4	182, 1	4 367, 5	57, 8	50, 1	101, 3	96, 6	1 434, 8
1958	125, 4	710, 7	75, 6	0, 4	204, 6	4 821, 9	50, 7	56, 6	106, 6	96, 2	1 502, 7
1959	173	808, 8	142	1, 4	198, 6	5 045, 4	51, 2	63, 5	135, 9	89, 3	1 564, 2
1960	176, 4	892, 8	206, 5	4, 7	158, 3	5 418, 7	50, 6	67, 2	317, 9	87, 7	1 697, 8
1961	188, 3	984, 9	368, 4	38, 3	142, 9	5 928, 6	53, 5	72, 2	473, 7	86, 3	1 880
1962	209, 3	1 112, 4	422, 6	85, 9	132, 9	6 359, 4	55, 8	74, 9	589, 5	82, 6	2 105, 7

TABLEAU VI bis
Consommations du marché intérieur français (suite)
(Economie civile)

Années	Fuel-oil domestique	Fuel-oil léger	Fuel-oils lourds	Bitumes	Lubrifiants	Paraffine	Cires	Coke de pétrole	TOTAL
1938	530	325	440	310	288, 4	6, 5	0, 5	36, 4	5 142
1947	462, 2	250, 7	1 048, 3	435, 4	287, 3	11, 8	2, 7	60	5 079, 4
1948	502, 9	343, 7	2 204, 5	319, 3	268, 7	8, 4	2, 2	60	6 184, 9
1949	542	457, 3	3 110, 4	394, 7	246, 5	9, 1	1, 2	42, 7	7 808, 8
1950	640	643, 3	3 383, 8	447, 7	367, 7	8, 6	1, 5	20, 3	9 256, 9
1951	721, 1	826, 5	3 792, 2	515, 1	376, 7	12, 6	5, 6	40, 3	10 568, 4
1952	793, 4	958, 7	3 775, 5	525, 1	340, 9	10, 1	2, 8	45, 5	11 168, 2
1953	929, 6	1 105	4 197	624, 7	353, 5	10, 5	6, 2	32	12 566
1954	1 141	1 380, 7	4 627	724, 4	380, 3	11, 6	5, 6	57, 1	14 176
1955	1 407, 7	1 627, 8	4 848, 8	861, 4	420, 5	13, 6	6, 2	62, 9	15 846
1956	1 913	1 888, 7	5 397, 3	940, 7	478, 6	16, 8	7, 2	72, 5	17 805, 8
1957	2 284, 7	1 805, 3	5 162	977, 7	474, 6	18, 3	8	70, 1	17 798, 3
1958	3 051, 7	2 177	5 355, 8	914, 9	459, 4	15, 7	7, 7	78, 1	19 811, 7
1959	3 498, 4	2 209, 6	5 289, 7	1 043, 1	493, 5	16, 3	8, 6	57, 3	20 889, 8
1960	4 262, 4	2 492, 8	5 664, 2	1 154, 8	527, 8	18, 4	8, 4	64, 3	23 271, 7
1961	5 063, 6	2 471	5 939, 1	1 369, 5	536, 9	20, 2	11, 3	90	25 718, 7
1962	6 897, 4	2 892, 8	6 897, 5	1 445, 5	568, 7	22	12, 3	77	30 044, 2

Nota. - Les chiffres des deux tableaux ci-dessus ne tiennent compte ni des consommations dans les raffineries, ni des livraisons au marché des soutes.

TABLEAU VII
 Consommations du marché intérieur français (suite)
 (Structure du marché intérieur français)

(en milliers de tonnes par an)

Années	Gaz liquéfiés	Essences	Carburant Pétr. lamp. Wh. spirits	Gas-oil F.O. dom. F.O. léger	Fuel-oils lourds	Bitumes	Lubrifiants	Divers	TOTAL
1938 %	41,5 0,8	2 710,4 52,7	149,3 2,9	1 159 22,5	440 8,6	310 6	288,4 5,6	43,4 0,9	5 142 100
1947 %	34,2 0,7	1 767,7 34,8	181,3 3,5	1 250,7 24,6	1 048,3 20,6	435,4 8,6	287,3 5,7	74,5 1,5	5 079,4 100
1950 %	116,2 1,3	2 612,6 28,2	132,7 1,4	2 165,8 23,4	3 383,8 36,6	447,7 4,8	367,7 4	30,4 0,3	9 256,9 100
1953 %	272,6 2,2	3 636,8 29	179,9 1,4	3 237 25,7	4 197 33,4	624,7 5	353,5 2,8	63,6 0,5	12 566 100
1956 %	51,6 2,9	4 703 26,4	255,8 1,4	5 355 30,1	5 397,3 30,3	940,7 5,3	478,6 2,7	158,5 0,9	17 805,8 100
1959 %	808,8 3,9	5 295 25,3	288,7 1,4	7 272,2 34,8	5 289,7 25,3	1 043,1 5,1	493,5 2,3	398,6 1,9	20 889,8 100
1961 %	984,9 3,8	6 125 23,8	632,2 2,5	9 414,6 36,6	5 939,1 23,1	1 369,5 5,3	536,9 2,1	716,5 2,8	25 718,7 100
1962 %	1 112,4 3,7	6 548,1 21,8	747 2,5	11 895,9 39,6	6 897,5 22,9	1 445,5 4,8	568,7 1,9	829,1 2,8	30 044,2 100

TABLEAU VIII

Consommations du marché intérieur français
Ventilation entre les principaux secteurs d'utilisation
(en %)

(1)

Années	TRANSPORTS					INDUSTRIE					Chauffage des locaux et usages domestiques	Agriculture	Revêtements routiers	Boulangerie	TOTAL
	Routiers	Maritimes	Ferroviaires	Aériens et fluviaux	TOTAL	Production de vapeur	Chauffage des fours	Production d'électricité	Autres usages	TOTAL					
1952	27,4	14,8	7,2	1,7	51,1	12,5	10,1	4,3	3,9	30,8	6,9	5,3	4,1	1,8	100
1953	28,3	13,4	6,7	1,7	50,1	13,5	9,9	3,9	4,4	31,7	7,7	4,8	3,9	1,8	100
1954	27,6	12,3	6,4	1,7	48	13,7	10,1	3,8	4,9	32,5	9,2	4,5	4,1	1,7	100
1955	28,1	11,8	5,6	1,6	47,1	13,1	10,6	3,5	5,7	32,9	10,1	4,3	3,9	1,7	100
1956	26,7	11,9	5,5	1,6	45,7	13,3	10,8	3,8	5,4	33,1	11,2	4,1	4,1	1,6	100
1957	27,1	10,4	5,4	1,9	44,8	13,4	10,8	3,9	6,1	34,2	10,8	4,3	4,3	1,6	100
1958	26,4	10,7	5,1	1,8	44	14,7	10,6	2,8	6,2	34,3	12,7	4,1	3,5	1,4	100
1959	27,2	8,9	4,9	1,9	42,9	14,2	9	2,7	7,6	33,5	13,8	4,5	3,9	1,4	100
1960	26,7	8,3	4,4	2,3	41,7	14,6	9,5	1,8	7,4	33,3	15,3	4,5	3,9	1,3	100
1961	26,7	8,5	3,9	2,6	41,7	14,1	9,4	2,4	6,7	32,6	15,1	4,5	4,8	1,3	100
1962	25	7,7	3,6	2,6	38,9	13,8	10,5	3	6,1	33,4	17,5	4,6	4,3	1,3	100

(1) Il n'est pas tenu compte des quantités de produits pétroliers consommés en raffinerie ni des consommations de gaz naturel.

RAFFINAGE

Le parcours unitaire moyen de l'automobiliste français semble diminuer chaque année. En 1962 il doit se situer entre 8 500 et 9 000 kilomètres par an, alors qu'il serait en Allemagne de 16 000, en Grande-Bretagne et en Italie de 12 000

Les ventes de supercarburant ont représenté en 1962, 41,6 % du total carburant auto, pourcentage encore jamais atteint jusqu'ici. L'élévation du taux de compression des moteurs est la principale cause de cette évolution.

2. - Carburants d'aviation

La consommation des essences aviation en 1962 a été inférieure de 7 % à celle de 1961. Celle des carburateurs s'est accrue par contre de 24,2 %. Cette tendance ne fera que s'accroître en raison de l'évolution technique de la flotte aérienne qui s'oriente depuis plusieurs années vers les appareils à réaction et abandonne peu à peu les moteurs classiques à pistons.

Le commissariat au plan a d'ailleurs prévu qu'en 1965 la consommation d'essence aviation ne dépasserait pas 80 000 tonnes alors que celle des carburateurs serait voisine de 900 000 tonnes (les tonnages réalisés en 1962 sont respectivement de 133 000 et 590 000 tonnes).

3. - Essences spéciales

La progression des ventes en essences spéciales et produits assimilés a été de 4,4 % en 1962.

De 1952 à 1962 le développement du marché a été assez lent et l'accroissement du tonnage global a été de 40 % environ.

4. - White spirit

La consommation de white spirit s'est élevée en 1962 à 74 900 tonnes soit 3,9 % de plus qu'en 1961.

Cette progression est un peu plus faible que celle des années précédentes qui avait été de 6,9 % en 1961, et 5,6 % en 1960. On consommé en 1962, 2,3 fois plus de white spirit qu'en 1952.

5. - Pétrole lampant

Le pétrole lampant est de moins en moins utilisé en France et la consommation de 1962 ne représente que 82 % de celle de 1952.

RAFFINAGE

6. - Gas-oil

En 1962 on a consommé 12, 2 % de plus de gas-oil qu'en 1961. C'est le taux de croissance le plus fort enregistré depuis 1956.

L'augmentation de la consommation est due pour la plus grande part à l'augmentation du parc de camions et d'autobus qui sont généralement équipés de moteurs Diesel. Elle tient aussi à l'accroissement d'activité de certains chantiers de bâtiment et de travaux publics qui utilisent un important matériel fonctionnant au gas-oil.

7. - Fuel-oil domestique

En 1962 on a consommé 8, 7 fois plus de fuel-oil domestique qu'en 1952 et 36 % de plus qu'en 1961.

Ceci est du surtout au développement de l'utilisation du fuel-oil domestique pour la chauffe des locaux, qui a absorbé plus de 3 milli de tonnes soit 56, 3 % de plus qu'en 1961.

L'industrie a consommé 2 639 000 tonnes soit 31, 6 % de plus qu'en 1961.

8. - Fuel-oil léger

Depuis 1952 la consommation a triplé et le tonnage de 1962, 2 892 700 tonnes représente 17, 1 % de plus qu'en 1961.

Le chauffage des locaux est le principal responsable de cette augmentation tandis que l'utilisation par les boulangers est plutôt en régression. On préfère de plus en plus le fuel-oil domestique pour cet usage.

9. - Fuel-oils lourds

La progression des consommations en 1962 est de 15, 9 % par rapport à 1961. Elle porte presque exclusivement sur le F.O n° 2 que demande de plus en plus l'industrie (+ 15, 3 %) et l'E. D. F. (+ 50 %).

10. - Lubrifiants

L'accroissement a été de 5, 9 % et ce sont surtout les huiles moteur dont l'utilisation a progressé.

RAFFINAGE

Il est très inférieur à celui du développement du parc automobile et même à celui du carburant auto. Cela tient à ce que le progrès technique en matière de lubrification des moteurs ainsi que l'amélioration de la qualité des huiles, conduisent à une diminution des besoins spécifiques.

11. - Paraffines et cires

Les mises à la consommation de cires ont augmenté en 1962 de 8,8 % et ont atteint le chiffre de 12 300 tonnes dont près de 8 000 tonnes en provenance de l'importation.

La consommation de paraffine a progressé dans la même proportion : 8,9 %. Elle a un peu plus que doublé en 10 ans. Elle était de 10 100 tonnes en 1952 et elle a atteint 22 000 tonnes en 1962.

12. - Bitumes

Développement de 5,5 % en 1962 malgré la concurrence du béton pour certaines autoroutes. La consommation a presque triplé en 10 ans.

13. - Gaz liquéfiés

La progression de la consommation de butane en 1962 par la clientèle privée a été de 21,8 % avec 749 300 tonnes, alors que celle du propane n'a été que de 10,7 % avec 253 500 tonnes.

Les cessions aux usines à gaz qui représentent à peu près 100 000 tonnes ont peu varié d'une année à l'autre.

14. - Bases pour la pétrochimie

Le développement de cette branche relativement récente de l'industrie chimique est assez rapide et la consommation des bases pétrolières marque une augmentation de 15 % en 1962 sur l'année précédente.

15. - Marché des soutes

Ce marché a été en nette augmentation avec 8 %. Ce sont surtout le diesel-oil et les fuels-oils qui ont vu leurs ventes s'accroître. On note au contraire sur le gas-oil un recul de 1 %.

RAFFINAGE

PREVISIONS DE CONSOMMATIONS INTERIEURES FRANCAISES

La Commission de modernisation des carburants du quatrième plan a fait les prévisions de la page 170 pour la consommation des produits du pétrole sur le marché intérieur de la métropole. Il convient de préciser que ces prévisions ont été faites dans l'hypothèse que la distribution du gaz naturel suivrait la progression prévue et, en particulier, qu'elle augmenterait de un milliard de mètres cubes par an à partir de 1966.

Nous avons fait ressortir dans le tableau de la page 171 l'importance relative de la consommation de chacun des produits en pour-cent de la consommation totale des produits pétroliers pendant l'année considérée.

Plan de la commission de modernisation des carburants du 4^e plan

Prévisions de consommation annuelle en millions de tonnes	1959	1965	1970	1975
Gaz liquéfiés	0,82	1,32	1,70	2,30
Essence auto et super	5,04	7,58	9,75	12,45
Essences aviation	0,20	0,08	0,07	0,07
Carburacteur, essences spéciales, white spirit et autres essences	0,29	0,99	1,51	2,21
Gas-oil auto	1,56	2,39	3,15	4,20
Fuel-oil domestique	3,74	9,06	13,74	19,19
Fuel-oil léger	2,23	4,45	4,85	5,50
Fuel-oil lourd et distillat paraffineux	6,39	8,91	17,50	24,37
Huiles lubrifiantes	0,49	0,70	0,85	1,03
Paraffines et cires	0,02	0,03	0,03	0,03
Bitumes	1,04	1,68	2,43	3,18
Coke de pétrole	0,06	0,11	0,15	0,22
Totaux	21,88	37,30	55,73	74,75

RAFFINAGE

Pourcentage de la consommation de chaque produit par rapport à la consommation totale	1959	1965	1970	1975
Gaz liquéfiés	3,75	3,54	3,05	3,08
Essence auto et super	23,04	20,32	17,50	16,66
Essences aviation	0,91	0,21	0,13	0,09
Carburéacteur, essences spéciales, white spirit et autres essences	1,33	2,65	2,71	2,96
Gas-oil auto	7,13	6,41	5,65	5,62
Fuel-oil domestique	17,09	24,29	24,65	25,67
Fuel-oil léger	10,19	11,93	8,70	7,36
Fuel-oil lourd et distillat paraffineux	29,21	23,89	31,40	32,60
Huiles lubrifiantes	2,24	1,88	1,53	1,38
Paraffines et cires	0,09	0,08	0,05	0,04
Bitumes	4,75	4,51	4,36	4,25
Coke de pétrole	0,27	0,29	0,27	0,29
Totaux	100 %	100 %	100 %	100 %

Ce tableau de pourcentages montre encore mieux que le précédent la continuation d'une tendance, qui s'est révélée en France depuis bien des années, à savoir que la consommation d'essence, tout en augmentant régulièrement, ne cesse de diminuer relativement à l'ensemble de la consommation des autres produits pétroliers. Par contre, le fuel lourd, et surtout le fuel domestique, sont de plus en plus demandés et verront augmenter sensiblement leur importance relative par rapport aux autres produits. Cette tendance s'amplifierait encore si la distribution de gaz naturel ne progressait pas comme il a été prévu.

LA PETROLEOCHIMIE EN FRANCE

Il n'est pas facile de faire un tableau précis de la pétroléochimie en France car les renseignements relatifs à cette industrie ne sont pas rassemblés comme dans l'industrie du pétrole par exemple.

On peut estimer cependant que les investissements consacrés à la Pétroléochimie en France depuis la libération jusqu'à la fin de 1960 auront été d'environ 1 400 millions de nouveaux francs ⁽¹⁾.

Nous avons reporté dans cet ouvrage les renseignements disponibles au moment où nous rédigeons ces lignes, sur les installations pétroléochimiques en fonctionnement ou en projet dans les différentes régions françaises en 1960. Les modifications qui interviendront par la suite seront signalées chaque année à l'occasion de notre exposé de ce chapitre de notre cours.

REPARTITION DES FABRICATIONS PETROLEOCHIMIQUES SUIVANT LES REGIONS FRANÇAISES

Région de l'Etang de Berre

Méthane

Dans cette région le méthane n'est pas utilisé comme matière première pour la pétroléochimie.

Ethylène

Naphtachimie

Ethylène (48 000 t/an) produit par steam cracking de fraction pétrolière liquide.

Oxyde d'éthylène par oxydation directe de l'éthylène.

Ethanolamines, glycols, glycols éthers polyoxyéthylène.

Polyéthylène Ziegler.

(1) Moulin, Conférence A.F.T.P. 1959.

Propylène

Naphtachimie

Propylène (50 000 t/an) par steam cracking conjointement avec l'éthylène.

Alcool isopropylique par hydratation en présence d'acide sulfurique.

Acétone par déshydrogénation d'une partie de l'alcool isopropylique.

Oxyde de propylène par la chlorhydrine.

Dérivés de l'oxyde de propylène (propylène glycols et polyoxypropylène).

Ventes de propylène à divers industriels en vue de fabrications de solvants chlorés, de glycérine et de cumène pour phénol-acétone.

Shell St-Gobain

Propylène extrait des gaz de cracking catalytique.

Alcool isopropylique : 13 000 t/an

Ether isopropylique : 300 t/an

Acétone : 7 500 t/an, diacétone alcool Bisphénol A

Epichlorhydrine, glycérine, résines épikote.

Dodécylbenzène.

Péchiney

Fabrique des solvants chlorés (perchloréthylène ou chloréthylène) à St-Auban à partir de propane et de propylène des raffineries de Berre.

Butènes-Butadiène

Naphtachimie

Extrait le butadiène par l'acétate de cuivre ammoniacal de la coupe C₄ produite par le steam cracking. 8 000 t/an peuvent être ainsi produites pour la vente.

Une petite fraction de butadiène est aussi utilisée à la fabrication du THPI (tétrahydrophthalimide) qui est un produit de base de la fabrication des fongicides par Calspray à Port-de-Bouc.

Une partie de l'isobutylène produit par le steam cracking sera transformée en polyisobutylènes liquides destinés à la fabrication d'additifs pour les huiles lubrifiantes.

Shell St-Gobain

A partir de n-butènes fabrique du butanol secondaire, puis de la méthyléthylcétone.

A partir d'isobutènes, du diisobutylène, puis de l'alkylat pour détergents de synthèse, de l'alcool isobutyrique, puis de la méthylisobutylcétone.

La Shell participe à la réalisation d'un atelier de caoutchouc GRS de 50 000 t/an et d'un atelier de cis polybutadiène. Pendant les premières années, le butadiène, matière première, sera importé des U.S.A. ou acheté à d'autres fabricants français.

C.F.R. La Mède

Isole, par fractionnement, du propylène, des gaz de cracking catalytique et l'envoie à Rhône Poulenc pour la fabrication du cumène.

Fabrique des polymères de butylènes qui sont utilisés à Harnes par Kuhlmann pour la synthèse d'alcools lourds par le procédé oxo.

Dérivés supérieurs

Shell St-Gobain

Shell traite au furfural des coupes pétrolières de cracking assez lourdes et obtient un extrait riche en aromatiques et naphthènes qui est utilisé dans les installations voisines de Cabot France pour produire du carbon black. Le raffinat paraffinique issu du furfural est soumis au cracking thermique et les oléfines obtenues transformées en alcools lourds par la réaction oxo.

Les gaz de la raffinerie sont débarrassés du soufre qu'ils contiennent et celui-ci est envoyé à l'usine de St-Gobain à Port-de-Bouc.

Région de la basse Seine

Le méthane et les gaz légers de raffinerie

Ces gaz, qui sont collectés par le Gaz de France dans la Seine-Maritime, sont utilisés par PEC (Potasse et engrais chimiques) dans

son usine de Grand-Couronne et par la Société chimique de la Grande Paroisse pour fabriquer de l'ammoniac.

Ethylène

Esso Standard

A Port-Jérôme, Esso Standard fabrique environ 36 000 t/an d'éthylène par steam cracking de naphta. Cet éthylène est utilisé par " Ethylène Plastique Normandie " pour la fabrication de polyéthylène haute pression type ICI (10 000 t/an), ainsi que par la "Société normande de matières plastiques " pour la fabrication de faibles quantités de polyéthylène Ziegler. Ces deux sociétés productrices de polyéthylène sont des filiales de Pétrobrás - huiles, goudrons et dérivés et de la société l'Air liquide.

C. F. R.

A Gonfreville, C. F. R. produit de l'éthylène par extraction des gaz de cracking catalytique et de steam cracking d'éthane. L'éthylène est utilisé par la " Manufacture normande de polyéthylène " pour fabriquer 5 à 6 000 t/an de polythène Phillips basse pression.

La Société des résines fluorées prépare du téflon à partir d'éthylène à Gonfreville et Marles Kuhlmann fabrique environ 8 000 t/an d'oxyde d'éthylène à partir d'éthylène reçu de la même raffinerie.

Propylène

C. F. R.

Fabrique du propylène par extraction des gaz de cracking catalytique à Gonfreville. Le propylène est utilisé à la synthèse du dodécylbenzène par les Sociétés Pétrosynthèse et Orogil installées à proximité immédiate de la raffinerie. Il est question d'autre part, d'envoyer du propylène à Marles Kuhlmann à Choques pour la fabrication de l'oxyde de propylène. De même du dimère et du trimère de propylène originaires de Gonfreville, seraient utilisés par Courrière Kuhlmann à Harnes pour faire des alcools oxo.

Esso Standard

Fabrique du propylène par steam cracking et produit du tri et du tétrapropylène, puis du dodécylbenzène à Port-Jérôme. Ce dernier produit est transformé maintenant sur place en sulfonate détergent (18 000 t/an).

Butènes - Butadiène

Esso Standard

La coupe de butènes produits par steam cracking par Esso est d'abord débarrassée de son butadiène par l'acétate de cuivre ammoniacal. Ce butadiène est actuellement envoyé à Villers-St-Sépulcre dans l'Oise où la Société d'Ugine l'utilise pour la fabrication de résines et de caoutchouc synthétiques. Il sera ensuite réservé à Firestone. La coupe butènes restante est envoyée à l'usine de caoutchouc butyl de Socabu où l'isobutylène est extrait. Le mélange des butènes normaux résiduels est envoyé à la Société Industrielle des Dérivés de l'Acétylène (S. I. D. A.) qui fabrique du butanol secondaire, ultérieurement transformé en méthyl-éthyl-cétone.

C. F. R.

Envoie aussi à Socabu une coupe riche en isobutène.

Produits plus lourds

Esso Standard

Doit fournir en 1961 du résidu de cat. cracker destiné à la fabrication de carbon black dans une usine de la United Carbon France, actuellement en construction près de Rouen.

Le soufre contenu dans les gaz de désulfuration de Esso Standard sous forme d' H_2S est transformé en soufre par Nobel Bozel à Port-Jérôme.

Kuhlmann à Paimbœuf utilise le fuel-oil pour produire de l'hydrogène, puis de l'ammoniac.

Shell

Fabrique le teepol à Petit-Couronne. Ce produit est un alkyl-sulfate obtenu par traitement à l'acide sulfurique des coupes pétrolières oléfiniques obtenues par cracking de coupes paraffiniques. Les fractions oléfiniques comprises entre C_8 et C_{18} sont les plus favorables.

Région de Donges

Antar

Réalise la production des aromatiques à partir de houdriformat à Donges. Jusqu'à présent, du benzène, du toluène et un mélange de xylènes étaient seuls produits.

Ces productions vont être augmentées grâce à la séparation du paraxylène (10 000 t/an). Ce produit servira à la fabrication du tergal par Rhodiaceta.

A. P. E. C. (Atlantique Progil Electrochimie)

A. P. E. C. à Donges, réalise, à partir de propylène et de benzène fournis par Antar, la synthèse du cumène. Ce produit est ensuite envoyé à Pont-de-Claix où il est oxydé en phénol et acétone dans l'usine de Progil Electrochimie.

Le phénol est utilisé pour la fabrication du nylon par Rhône-Poulenc. Le phénol et l'acétone servent aussi à la fabrication de di-phénylpropane dans l'usine de Pont-de-Claix de la Société des résines et vernis artificiels.

Région de Bordeaux

La Compagnie du carbon black construit actuellement une unité de 25 000 t/an de carbon black qui sera alimentée par la raffinerie Caltex du Bec d'Ambès.

Région de Lacq (Pardies)

Aquitaine Chimie fabrique à partir du CH_4 contenu dans le gaz naturel de Lacq de l'acétylène (75 t/j) et de l'hydrogène. Cette Société utilise l'hydrogène pour la fabrication d' AzH_3 et répartit ensuite ses produits de la façon suivante :

Acétolacq reçoit de l'acétylène qu'il transforme par synthèse en présence de vapeur d'eau en acétaldéhyde (75 t/j). Les 2/3 de ce dernier sont expédiés à Rhône-Poulenc et l'autre tiers est utilisé sur place par les usines de Melle pour la synthèse du butanol (20 à 25 t/j).

Vinylacq reçoit le reste de l'acétylène pour la fabrication de chlorure de vinyle (65 t/j).

Méthanolacq reçoit un mélange $\text{CO} + 2 \text{H}_2$ à partir duquel il fait du méthanol (100 t/j).

Azolacq utilisant l' AzH_3 indiqué ci-dessus et CO_2 venant de la post-combustion du méthane, fabrique 100 tonnes d'urée par jour. Il fabrique également de l'acide nitrique qui est aussitôt transformé en ammonitrate (500 t/j).

Autres usines de cette région

La Société des produits azotés fabrique de l'ammoniac, de la mélamine, du méthanol et du noir de carbone.

L'Office national industriel de l'azote à Toulouse produit de l'ammoniac.

La Société d'engrais et produits chimiques de Pierrefitte à Soulom produit aussi de l'ammoniac.

Toutes ces usines ont comme matière première le méthane du gaz naturel de Lacq.

La S.N.P.A. utilise l'éthane du gaz de Lacq pour fabriquer de l'éthylène, employé surtout à la fabrication de polythène.

ANNEXE I (1)

PRODUCTION ET DISTRIBUTION DES UTILITÉS DANS LES RAFFINERIES DE PÉTROLE

Le raffinage du pétrole s'effectue dans des installations qui ont, en général, leurs moyens propres de chauffage au gaz ou aux combustibles liquides, mais elles ont toujours besoin, en outre, d'énergies extérieures qui leur parviennent sous forme de courant électrique, de vapeur, d'eau de réfrigération, d'eau douce, d'air comprimé.

Il en faut également pour l'éclairage de l'usine et pour le fonctionnement des services généraux tels que les ateliers de réparations, garages, bureaux, défense contre l'incendie, etc.

D'autre part, les eaux de réfrigération, les réactifs usés doivent être drainés par des égouts et évacués de l'usine après avoir été éventuellement traités et décantés.

Tout cet ensemble de services dans la raffinerie a reçu la dénomination d'utilités et l'objet de ce chapitre est de résumer sommairement les dispositions qui sont prises pour leur production et leur distribution.

Nous prendrons comme exemple une raffinerie de pétrole capable de traiter 2 400 000 tonnes de pétrole brut du Proche-Orient pour obtenir tous les carburants et combustibles usuels et en surplus 110 000 tonnes d'huiles lubrifiantes et 5 000 tonnes de paraffine.

Les consommations horaires moyennes et maximales d'utilités sont les suivantes :

(1) La rédaction de la plus grande partie de ce chapitre sur les utilités a été faite en se basant sur des notes qui m'ont été adressées par M. P. Bourbillon, ingénieur en chef des services généraux de la raffinerie de Dunkerque.

UTILITES

Utilités	Débits horaires	
	moyens	maximaux
Vapeur moyenne pression (15 bars)	34 t/h	40 t/h
Vapeur basse pression (4 bars)	30 t/h	55 t/h
Electricité	6 500 kW	7 200 kW
Eau de réfrigération	6 500 m ³ /h	7 500 m ³ /h
Eau douce (y compris l'eau destinée à être transfor- mée en eau d'alimentation pour chaudières).....	85 m ³ /h	110 m ³ /h
Air comprimé	3 400 m ³ /h	4 500 m ³ /h

A. - PRODUCTION DE LA VAPEUR

Certaines raffineries, notamment celles qui ne produisent pas d'huiles lubrifiantes, n'ont pas besoin de grandes quantités de vapeur de chauffe. On se contentera donc d'y installer 2 ou 3 petites chaudières à moyenne pression (15 à 20 bars) et on produira l'électricité à l'aide de moteurs Diesel par exemple, à moins qu'il ne soit possible de se raccorder à une distribution publique (en France, l'Electricité de France).

S'il s'agit d'une raffinerie qui comporte, comme celle que nous avons prise comme exemple, des unités de fabrication assez grosses consommatrices de vapeur, il sera généralement avantageux de faire produire de l'électricité par cette vapeur en la détendant dans un turbo-alternateur entre sa pression de génération assez haute (50 à 80 bars) et ses pressions d'utilisation qui sont, dans notre exemple, de 15 et 4 bars.

On peut constater qu'un premier avantage de ce système est d'assurer une production de courant électrique bien régulière et pratiquement sans perturbations, alors que le courant que dispense le secteur public est encore soumis à bien des aléas : baisses de voltage, diminution de périodicité, coupures, etc. dues aux orages, aux incidents de ligne et aux courts-circuits causés par d'autres usagers.

UTILITES

Or, l'interruption du courant électrique, qui provoque l'arrêt brutal des unités de raffinage, est fort préjudiciable aux fabrications et au matériel qui les assure.

Il est donc toujours intéressant au point de vue de la Sécurité du fonctionnement de l'usine, de produire soi-même son électricité et cet intérêt s'accompagne, dans le cas de l'utilisation de la vapeur à haute pression dans des chaudières dites à rayonnement total, des avantages économiques et techniques suivants :

a) La consommation spécifique en combustible des chaudières à haute pression fournissant de la vapeur à haute surchauffe pour emploi dans les turbines est inférieure à celle des chaudières à moyenne pression.

En effet, la quantité totale de chaleur à communiquer à l'eau pour la transformer en vapeur surchauffée à une température donnée, décroît avec la pression. Ainsi, la transformation d'un kilogramme d'eau en vapeur surchauffée à 400 °C demande 40 millithermies de moins à 100 bars qu'à 10 bars.

b) La production d'électricité avec une vapeur, qui n'est pas condensée et qu'on peut encore utiliser dans la raffinerie pour toutes les opérations de chauffe dont on a besoin, est particulièrement économique. Comme les pressions d'utilisation de la vapeur dans l'usine (4 bars et 15 bars) sont fixées par les températures dont on a besoin pour le chauffage des réservoirs et de certaines unités de fabrication et aussi par la pression convenable aux petites turbines de secours pour l'entraînement de pompes, la consommation de vapeur par kilowatt-heure produit dans les turbo-alternateurs de la centrale sera d'autant plus faible que l'enthalpie de la vapeur à l'entrée sera plus élevée. Nous avons en effet, en se rappelant que 1 kWh correspond à 860 millithermies, une consommation de vapeur par kilowatt-heure :

$$\frac{860}{i_1 - i_2}$$

i_1 enthalpie de la vapeur à l'entrée de la turbine

i_2 enthalpie de la vapeur à la sortie de la turbine fixée par les conditions d'utilisation.

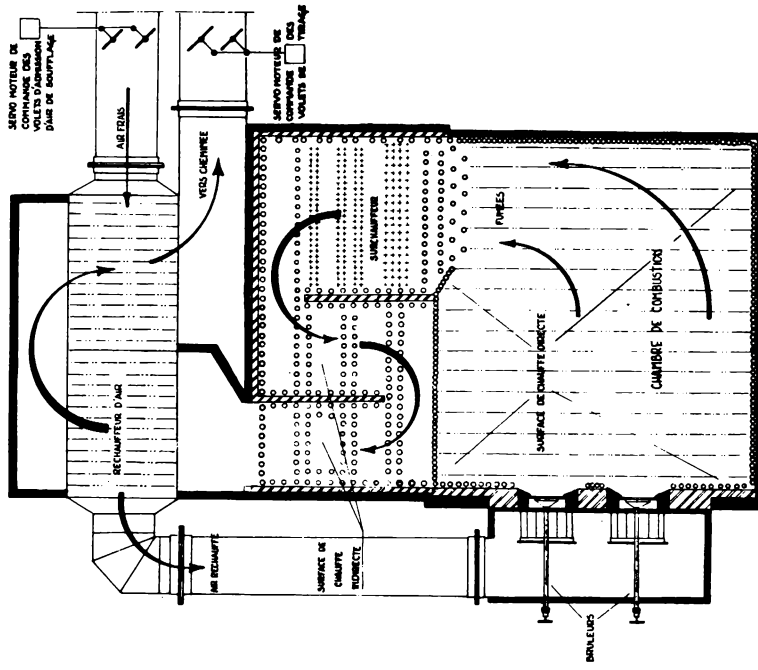


Fig. 2. Coupe.

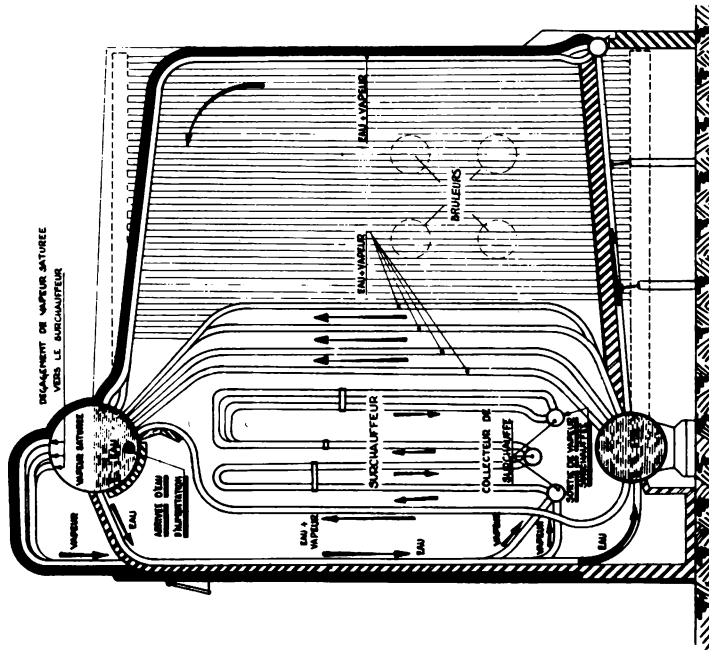


Fig. 1. Elevation.

CHAUDIÈRES A RAYONNEMENT TOTAL.

UTILITES .

La consommation de vapeur par kilowatt-heure sera donc d'autant moindre que l'enthalpie, c'est-à-dire que la pression et la température de la vapeur, seront plus élevées à l'entrée de la turbine. Nous reviendrons sur ce point quand nous parlerons de la production d'électricité.

c) Les chaudières haute pression à rayonnement total ont une très grande souplesse de marche. Leur inertie est faible et elles s'adaptent immédiatement aux variations brusques de régime.

Les générateurs haute pression ont cependant quelques désavantages, dont le principal est leur prix relativement élevé du fait de leur complexité. Le faible volume d'eau qu'ils contiennent nécessite un appareillage automatique et précis de maintien du niveau, quelles que soient les variations de charge imposées à la chaudière.

Pour pouvoir bénéficier de leur souplesse, il est également indispensable de les munir d'un système de chauffe automatique qui agit sur la quantité de combustible brûlée dans la chaudière, sur la quantité d'air nécessaire à la combustion et sur l'évacuation des fumées.

Enfin, il est nécessaire d'avoir un système de réglage de la surchauffe pour maintenir une température à peu près constante de la vapeur à l'entrée de la turbine.

Types de chaudières haute pression habituellement en usage (fig. 1 et 2)

Elles se composent d'un collecteur supérieur et d'un collecteur inférieur reliés par un faisceau tubulaire.

Dans le collecteur supérieur, qui reçoit l'eau d'alimentation, s'effectue le dégagement de la vapeur saturée produite vers le surchauffeur qui amènera la vapeur d'utilisation à la température voulue.

Le collecteur inférieur, constamment plein d'eau, alimente les tubes vaporisateurs où s'effectue la production de vapeur saturée.

Les tubes entourant la chambre de combustion, où crachent les brûleurs, sont jointifs, sauf dans la partie formant évacuation des gaz de la combustion.

Le surchauffeur de vapeur est placé dans le circuit de ces gaz et l'on trouve généralement sur l'évacuation des fumées, à la sortie de la chaudière, un réchauffeur d'air comburant ou un réchauffeur d'eau d'alimentation.

UTILITES

Combustibles utilisés

Les chaudières à vapeur dans les raffineries de pétrole sont chauffées par des brûleurs alimentés, soit par le gaz en excédent, soit par des fuel-oils de qualité inférieure qui peuvent être par exemple des résidus asphaltiques ou fortement paraffineux et qui, ordinairement, sont par surcroît très chargés en soufre.

La présence de soufre dans les fumées provoque une élévation sensible du point de rosée de celles-ci et des condensations acides sur les réchauffeurs ou économiseurs. Il s'ensuit des corrosions qui peuvent être quelquefois atténuées par l'injection d'inhibiteurs, mais jamais totalement supprimées.

Si notre combustible liquide est un fuel-oil de viscosité pas trop élevée (40° à 100° Engler à 50°C par exemple), il pourra être employé dans des brûleurs à pulvérisation mécanique. On le réchauffera au préalable à une température telle que sa viscosité à l'entrée du brûleur soit inférieure à 5° Engler et sa pression pourra être d'une vingtaine de bars.

Les résidus asphaltiques seront pulvérisés à la vapeur.

Quant au gaz, il est distribué par des cannes percées de trous, placées autour des brûleurs à combustible liquide et il peut être utilisé en même temps que celui-ci.

Un manomètre directeur, chargé de maintenir au timbre la pression de la vapeur de la chaudière, agit directement sur les vannes de combustible et les règle automatiquement.

Air de combustion

L'air nécessaire à la combustion est fourni par un ventilateur qui aspire l'air à l'extérieur et le refoule vers le caisson entourant les brûleurs après passage dans un réchauffeur d'air (200°C). Ce dernier utilise la chaleur sensible des fumées qui sont encore à une température de l'ordre de 300°C à la sortie de la chaudière proprement dite.

La quantité d'air de soufflage à introduire est rigoureusement contrôlée par des volets d'admission dont le fonctionnement est régi par le système automatique agissant sur les vannes à combustible.

UTILITES

On peut également y asservir la vitesse de la turbine du ventilateur. Il est en outre nécessaire que des analyseurs d'oxygène fassent connaître, à chaque instant, l'excès d'air de soufflage introduit car la quantité d'air doit être de 15 à 20 % supérieure à la quantité théoriquement nécessaire pour brûler le combustible.

On aide l'évacuation des fumées par un ventilateur de tirage et grâce à celui-ci on peut maintenir dans la chambre de combustion une petite dépression d'un ou deux millimètres d'eau, qui doit être aussi constante que possible. Il y aura donc un déprimomètre très sensible, dont les indications seront transmises au servo-moteur des volets de tirage.

La tendance actuelle est d'utiliser des chaudières à chambre de combustion sous pression. Dans ce cas, le ventilateur de tirage est supprimé et seul subsiste le ventilateur de soufflage. Cette disposition économise de l'énergie et augmente le coefficient de convection des fumées dans la chambre.

Circuits de production de vapeur (fig. 1)

L'eau destinée à être transformée en vapeur surchauffée est introduite dans le collecteur supérieur de la chaudière jusqu'au niveau voulu. Un système automatique permet de régler à une valeur constante, quel que soit le débit, la hauteur d'eau dans ce collecteur.

Cette eau descend ensuite dans le collecteur inférieur par les tubes les plus froids et, de celui-ci, se répartit dans les tubes entourant la chambre de combustion. Le combustible, en brûlant, vaporise l'eau et les bulles de vapeur formées montant dans les tubes se dégagent dans le collecteur supérieur. Elles sont immédiatement remplacées dans les tubes par une quantité égale d'eau et le cycle continue. Une telle chaudière est dite " à circulation naturelle " et tous les générateurs classiques fonctionnent ainsi.

A titre documentaire, signalons que dans certaines chaudières spéciales dites " à circulation forcée ", l'eau destinée à remplacer la vapeur produite est introduite dans les tubes par l'intermédiaire d'une pompe qui constitue un organe délicat (chaudières Velox par exemple).

La vapeur produite dans les tubes vaporisateurs est collectée par des tôles placées à la partie inférieure du collecteur supérieur pour aboutir à des cyclones, où elle acquiert un mouvement tourbillonnaire destiné à séparer mécaniquement la vapeur saturée de l'eau entraînée.

UTILITES

La vapeur saturée parcourt ensuite les collecteurs de surchauffe dans un circuit en zigzag et se transforme progressivement en vapeur surchauffée à pression constante. La température de la vapeur augmente au fur et à mesure qu'elle se dirige vers la sortie et elle est naturellement fonction de l'intensité de combustion en particulier, c'est-à-dire en fait, de la charge de la chaudière.

On appelle " degré de surchauffe " la différence entre la température de la vapeur surchauffée à la sortie de la chaudière et celle correspondant à la vapeur saturée à la même pression. Ainsi, si nous prenons l'exemple d'une chaudière fonctionnant à une pression de 60 bars et produisant de la vapeur surchauffée à 485°C, le degré de surchauffe correspondant est : $485 - 275 = 210^{\circ}$ étant donné que la température de la vapeur saturée à 60 bars est de 275°.

La température de la vapeur surchauffée à la sortie de la chaudière s'élève lorsque le taux de la combustion ⁽¹⁾ augmente et, à taux de combustion constant, lorsque la température de l'eau d'alimentation diminue et lorsqu'il y a excès d'air.

La température de surchauffe diminue dans les conditions inverses.

La position du surchauffeur dans le courant des gaz de la combustion a été définie par le constructeur pour obtenir le degré de surchauffe voulu, compte tenu des échanges thermiques.

La température de surchauffe n'est donc pas constante et il ne peut être question d'en faire subir les variations à la turbine du turbo-alternateur, car il en résulterait des chocs thermiques.

Un dispositif de réglage, qui varie suivant les constructeurs, est donc indispensable. En fait, il s'agit d'une désurchauffe partielle commandée la plupart du temps par l'un ou l'autre des systèmes suivants :

- L'un consiste à injecter de l'eau dans la vapeur surchauffée, avant son introduction dans la turbine, au cas où la température serait trop élevée. Cette façon de procéder pourrait avoir l'inconvénient d'introduire dans la turbine les sels contenus dans l'eau, ce qui, à la longue, provoquerait une obstruction plus ou moins importante

(1) On appelle taux de combustion la quantité de combustible brûlée par mètre carré de surface de chauffe.

UTILITES

des aubages. Pour y remédier, on utilise de l'eau dégazée la plus pure possible.

- L'autre consiste à dérivée une partie de la vapeur surchauffée produite vers le collecteur inférieur de la chaudière, où l'eau est à une température correspondant à la tension de la vapeur saturante du générateur. L'écart de température entre l'eau du collecteur et la vapeur surchauffée arrivant dans le serpentin est donc important et il en résulte une réduction sensible de la température de la vapeur à la sortie.

Les vapeurs, surchauffée et désurchauffée, sont mélangées par l'intermédiaire de vannes conjuguées et commandées par un servomoteur, actionné par un thermomètre directeur afin d'obtenir la température voulue.

Influence de la concentration en sels de l'eau en chaudière

Si l'eau introduite dans la chaudière contient des sels, il est bien évident que la presque totalité de ces sels restera dans la chaudière et que l'eau contenue dans celle-ci se concentrera en sels tandis que la vapeur produite sera relativement pure.

Lorsque la limite de solubilité sera atteinte, les sels contenus dans l'eau se déposeront. Ces sels peuvent provoquer des incrustations et des corrosions qui sont aggravées par la présence d'oxygène et de gaz carbonique dissous dans l'eau.

Au-dessus d'une certaine concentration, les bulles de vapeur dégagées dans le collecteur supérieur de la chaudière entraîneront davantage d'eau chargée en sels, que les cyclones et tamis filtrants seront incapables d'arrêter. Il se produira le phénomène de "primage" (1), c'est-à-dire d'entraînement mécanique important d'eau par la vapeur qui provoque, en plus des incidents relatés ci-après, une diminution de la température de surchauffe et un abaissement du rendement thermique de l'installation. Ces sels se déposeront, partie dans le surchauffeur, partie dans les turbines des turbo-alternateurs.

(1) Le primage peut être également dû à une insuffisance de la chambre de vaporisation du collecteur supérieur de la chaudière. En fait, il existe toujours un très léger primage : dans un générateur bien conduit, la vapeur ne contient cependant pas plus de 1 % d'eau de chaudière.

UTILITES

Les dépôts dans le surchauffeur diminueront l'échange thermique et, partant, le refroidissement par la vapeur des tubes léchés par le courant gazeux. Le métal des tubes pourra atteindre la température de fluage et il en résultera des éclatements sous la pression de la vapeur, mettant la chaudière hors service.

Il en sera de même pour les tubes vaporisateurs également exposés au rayonnement du foyer.

Les sels entraînés dans les turbines se déposeront sur les aubes haute pression et, diminuant leur section de passage, provoqueront une réduction de la puissance des turbo-alternateurs et des vibrations intempestives.

Un phénomène supplémentaire se produit, dû à la présence de la silice. Celle-ci se trouve en effet dans l'eau d'alimentation, sauf lorsqu'il s'agit d'eau distillée obtenue par bouilleurs.

Le silicate de soude est très soluble dans l'eau aux hautes pressions et se volatilise en se mélangeant de façon intime avec la vapeur.

Lorsque la vapeur se détend dans les aubes des turbines, sa température et sa pression diminuant, la saturation en SiO_2 peut être atteinte et la silice se dépose en formant des dépôts durs et adhérents pouvant obstruer complètement les aubes basse pression intéressés. On estime qu'en moyenne 1 % de la silice contenue dans la chaudière passe à l'état de vapeur et qu'il y a risque de dépôts dans les turbines lorsque la vapeur contient plus de 0,1 mg de silice par kilogramme. Il faut que l'eau de chaudière contienne moins de 5 mg/l de SiO_2 sous forme libre.

Limiter la silice à cette valeur est nécessaire, mais ce n'est pas suffisant. Il faut encore maintenir ce corps en solution sous forme de métasilicate ou de disilicate. Pour cela, on peut ajouter de la soude caustique ou du phosphate trisodique qui, par hydrolyse, libère la soude caustique nécessaire.

On voit donc, par ce qui précède, qu'il faut éliminer de l'eau d'alimentation sels et silice qui risqueraient de provoquer l'entartrage des chaudières et l'obstruction des aubes de turbines. Nous allons voir maintenant comment on procède à cette élimination.

UTILITES

Epuration des eaux d'alimentation

L'eau d'alimentation des chaudières à haute pression devra donc être complètement libérée des minéraux qu'elle contient à l'état brut. S'il est possible de récupérer la majeure partie de cette eau par condensation de la vapeur, on épurera le petit appoint d'eau d'alimentation nécessaire par simple distillation.

Il n'est généralement pas possible d'en faire autant dans les raffineries de pétrole, car toute la vapeur produite est répartie dans l'usine, parfois à plusieurs kilomètres de son point d'émission et elle est utilisée souvent d'une manière qui ne permet pas une séparation facile de l'eau de condensation (injection dans les hydrocarbures). La quantité horaire d'eau à épurer représentera donc toujours une fraction importante de l'eau d'alimentation et il sera alors beaucoup plus économique de l'épurer par voie physique ou chimique que de la distiller.

Quels sont les corps dissous dans l'eau et qu'il faut éliminer ? Ce sont les sels solubles qu'elle a rencontrés dans les terrains qu'elle a parcourus, c'est-à-dire les carbonates, sulfates, chlorures et silicates de calcium, de magnésium et de sodium, ainsi que la silice.

L'eau contenant une proportion notable de sels de calcium et de magnésium est dite "dure" et il existe des tests simples qui permettent de déterminer le "degré hydrotimétrique" de l'eau qui est précisément en relation avec sa teneur en Ca et Mg.

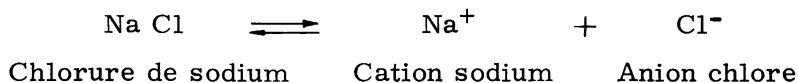
Il existe un bon nombre de procédés d'épuration d'eau dont les plus répandus autrefois étaient basés sur l'emploi de la chaux et du carbonate de soude. Ces anciens procédés sont très insuffisants pour réaliser la déminéralisation complète qui est nécessaire pour l'eau d'alimentation des chaudières à haute pression et nous allons exposer le procédé relativement récent par les résines échangeuses d'ions, que nous utilisons dans la centrale que nous avons prise en exemple.

Lorsqu'on dissout une substance minérale dans l'eau, les molécules de cette substance se dissocient en un certain nombre de particules chargées électriquement, appelées "ions" ; la somme de leurs charges électriques est nulle.

Les particules chargées positivement sont appelées cations, et celles chargées négativement sont appelées anions.

UTILITES

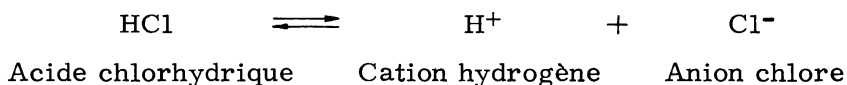
Une solution aqueuse de chlorure de sodium est dissociée de la façon suivante :



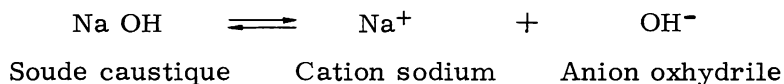
et on peut représenter d'une manière analogue la dissociation de la plupart des sels minéraux contenus dans l'eau.

On notera que l'hydrogène H^+ se comporte comme un cation et le radical oxhydrile OH^- comme un anion.

En effet, une solution aqueuse d'acide chlorhydrique est dissociée comme suit :



et une solution de lessive de soude :



Les eaux naturelles peuvent donc être considérées comme des solutions diluées de sels qui sont en équilibre avec leurs produits de dissociation ou ions.

La permutation d'ions est un phénomène au cours duquel des ions de la solution aqueuse entrent en contact avec un corps solide insoluble dans l'eau, appelé "échangeur d'ions" et sont adsorbés par celui-ci, qui libère en échange d'autres ions de charge identique, lesquels sont adsorbés à leur tour par la solution.

La réaction est réversible.

On distinguera donc les corps échangeurs de cations et les corps échangeurs d'anions.

Si l'on désire qu'un échangeur de cations permute ses ions hydrogène avec les cations alcalins ou alcalino-terreux d'une solution, cet échangeur sera préalablement traité par une solution concentrée d'ions H^+ , au cours d'une opération appelée régénération.

Un échangeur d'anions sera tout d'abord traité avec une solution diluée de soude caustique, ce qui lui permettra ensuite de permuer ses anions oxhydriles avec les anions de la solution.

UTILITES

Echangeurs de cations

Ce sont des macromolécules possédant :

- Soit des radicaux fortement acides, du type sulfonique,
- Soit des radicaux faiblement acides, du type carboxylique.

A. Echangeurs de cations du type sulfonique

Ils permettent de dissocier aussi bien les sels d'acides faibles que ceux d'acides forts.

a) Régénération par HCl ou SO₄H₂ (permutation H ou permutation hydrogène)

Le processus d'échange est le suivant :

- Pour les bicarbonates : $ZH_2 + (CO_3H)_2 Ca \rightarrow ZCa + 2 H_2O + 2 CO_2$
- Pour les sulfates : $ZH_2 + SO_4Ca \longrightarrow ZCa + SO_4H_2$
- Pour les chlorures : $ZH_2 + Ca Cl_2 \longrightarrow ZCa + 2 HCl$
- Pour les silicates : $ZH_2 + SiO_3Ca \longrightarrow ZCa + H_2O + SiO_2$

Il y a production d'acides forts (HCl et SO₄H₂) et d'acides faibles (CO₂ et SiO₂).

Les cations minéraux, qui étaient auparavant en solution, sont maintenant fixés sur l'échangeur et l'effluent ne contient plus que des acides forts et faibles en quantité d'autant plus importante que l'eau brute contient davantage de sels.

La régénération s'effectue, quand la charge d'hydrogène de l'échangeur de cations est épuisée, par lavage à l'acide dilué. Le calcium, le magnésium, etc... adsorbés, sont éliminés à l'état de chlorures ou de sulfates solubles, qui sont évacués par un lavage à l'eau brute.

L'échange de cations de la solution avec l'hydrogène du support s'appelle permutation H ou permutation hydrogène.

La régénération se fait suivant le processus suivant :

- Avec HCl : $ZCa + 2 HCl \longrightarrow ZH_2 + Ca Cl_2$
- Avec SO₄H₂ : $ZCa + SO_4H_2 \longrightarrow ZH_2 + SO_4Ca$

UTILITES

b) Régénération par Na Cl (adoucissant)

Le même échangeur de cations à groupe sulfonique peut servir à une autre permutation dite Na ou sodium, appelée encore "adoucissement", dans laquelle les cations de la solution sont échangés avec les ions Na^+ du support préalablement régénéré par une solution de chlorure de sodium.

Le processus d'échange est le suivant :

- Pour les bicarbonates : $\text{ZNa}_2 + (\text{CO}_3\text{H})_2\text{Ca} \longrightarrow \text{ZCa} + 2 \text{CO}_3\text{NaH}$
- Pour les sulfates : $\text{ZNa}_2 + \text{SO}_4\text{Ca} \longrightarrow \text{ZCa} + \text{SO}_4\text{Na}_2$
- Pour les chlorures : $\text{ZNa}_2 + \text{Ca Cl}_2 \longrightarrow \text{ZCa} + 2 \text{Na Cl}$
- Pour les silicates : $\text{ZNa}_2 + \text{SiO}_3\text{Ca} \longrightarrow \text{ZCa} + \text{SiO}_3\text{Na}_2$

On obtient des sels de soude solubles.

La régénération se fait suivant le processus suivant :

- Avec NaCl : $\text{ZCa} + 2 \text{NaCl} \longrightarrow \text{ZNa}_2 + \text{CaCl}_2$

Lors de cette régénération, le calcium, le magnésium, etc... sont éliminés sous forme de chlorures solubles.

B. Echangeurs de cations du type carboxylique

Ils sont réservés à l'élimination de la dureté temporaire de l'eau, c'est-à-dire du calcium et du magnésium présents sous forme de carbonates et de bicarbonates.

Ils sont sans action sur la dureté permanente (sulfates et chlorures).

Ils sont régénérés par HCl ou $\text{SO}_4 \text{H}_2$.

Le processus d'échange est le suivant :

- Pour les bicarbonates : $\text{ZH}_2 + (\text{CO}_3\text{H})_2\text{Ca} \longrightarrow \text{ZCa} + 2 \text{H}_2\text{O} + 2 \text{CO}_2$
- Pour les carbonates : $\text{ZH}_2 + \text{CO}_3\text{Ca} \longrightarrow \text{ZCa} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$

Il y a production d'acide faible CO_2 .

Le processus de régénération par HCl ou SO_4H_2 est le même que

UTILITES

pour l'échangeur de cations sulfonique.

L'échangeur de cations carboxylique demande cependant moins de régénérant (120 % de la quantité théorique) que l'échangeur de cations sulfonique (300 % de la quantité théorique) et peut être régénéré par les effluents de régénération de ce dernier.

En marche normale, les cations minéraux, qui étaient auparavant en solution, sont maintenant fixés sur l'échangeur et l'effluent ne contient plus que des acides forts et faibles (en permutation H) ou des sels de soude (adoucissement), en quantité d'autant plus importante que l'eau brute contient davantage de sels.

La régénération s'effectue quand la charge d'hydrogène ou de sodium de l'échangeur de cations est épuisée.

L'on procède auparavant à un détassage à contre-courant, puis la régénération est suivie d'un lavage et le cycle utile ne commence que lorsque les sels solubles produits lors de la régénération sont éliminés.

Echangeurs d'anions

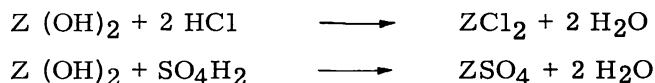
Ce sont également des macromolécules qui possèdent cette fois des radicaux basiques, du type aminé ou du type ammonium quaternaire, d'où la division en échangeurs faiblement basiques et en échangeurs fortement basiques.

A. Echangeurs d'anions faiblement basiques

Les groupements actifs des échangeurs d'anions à faible basicité sont constitués par des radicaux amines substituées, généralement des amines tertiaires.

De par leur constitution, ces supports ne peuvent fixer que les acides forts (sulfurique, chlorhydrique), après avoir été régénérés sous forme basique, par passage d'une solution alcaline, de la lessive de soude Na OH de préférence.

Le processus d'échange est le suivant :



UTILITES

Lors de la régénération à la soude diluée, les ions SO_4^- et Cl^- sont éliminés sous forme de sulfate et de chlorure de sodium et évacués par lavage à l'eau décationnée sortant de l'échangeur de cations fortement acide, suivant le processus :

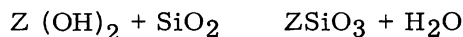


B. Echangeurs d'anions fortement basiques

Les groupements actifs des échangeurs d'anions à forte basicité sont constitués par des radicaux ammoniums quaternaires et peuvent fixer aussi bien les acides forts ($\text{SO}_4\text{H}_2 - \text{HCl}$) que les acides faibles ($\text{CO}_2 - \text{SiO}_2$).

Le processus d'échange des acides forts est le même que précédemment.

Le processus d'échange des acides faibles est le suivant :



La régénération s'effectue également à l'aide d'une lessive de soude caustique :



Dans la catégorie d'échangeurs d'anions à forte basicité, l'on distingue deux types. Le type n° 1, plus fortement basique, qui a davantage d'affinité pour les acides faibles, est beaucoup plus stable, mais possède un moins bon rendement de régénération, ce qui se traduit par une consommation de lessive de soude caustique plus importante que le type n° 2.

En général, l'on utilise le type n° 1 quand le pourcentage des acides faibles par rapport aux anions totaux est supérieur à 25 %.

UTILITES

Données générales concernant les résines

Si l'on désigne par :

- x le nombre de degrés de minéralisation totale de l'eau à traiter ;
- L le nombre de litres de résine échangeuse d'ions contenu dans l'appareil considéré ;
- p le pouvoir d'échange en degrés d'un litre de la résine intéressée ;
- C le cycle, c'est-à-dire la quantité d'eau minéralisée correcte produite par l'appareil ;
- H la quantité totale de régénérant utilisé ;
- t la quantité de régénérant utilisé par degré de minéralisation et par m³ d'eau traitée ;
- q la quantité de régénérant utilisé par litre de résine,

on a les relations suivantes :

$$Cx = Lp$$

$$H = Lq = Ltp = tCx$$

$$q = tp$$

La capacité ou pouvoir d'échange d'une résine est la quantité d'ions susceptible d'être échangée par unité de volume. Elle s'exprime en mètre cube — degré français par litre d'échangeur.

Le pouvoir d'échange pratique est fonction d'un grand nombre de variables dont les principales sont : la qualité de l'eau à traiter, la nature et la concentration du régénérant et la qualité de l'eau désirée à la sortie de l'échangeur.

Le besoin en régénérant d'un échangeur d'ions s'exprime, soit en pour-cent de la théorie, soit en grammes de produit par degré de minéralisation et par m³ d'eau, soit quelquefois en quantité de réactif par litre de résine.

Si un litre d'échangeur d'ions a adsorbé 1 degré de minéralisation par m³ d'eau brute, il faut, pour le régénérer à 100 % de la théorie, utiliser :

- Pour l'adoucissement : 11,7 g de NaCl
- Pour l'échange de cations : 7,3 g d'HCl
- Pour l'échange des anions : 8 g de NaOH.

UTILITES

Mise en œuvre des échangeurs

Les schémas les plus usuels du traitement des eaux par les échangeurs d'ions sont les suivants :

a) Adoucissement et suppression des bicarbonates (démminéralisation partielle)

C'est le cas d'un traitement d'eau destiné à un générateur basse pression et que nous donnons ici à titre documentaire :

Deux procédés sont utilisés :

- L'un consiste à monter en parallèle deux échangeurs de cations sulfoniques, l'un régénéré en cycle hydrogène, l'autre régénéré en cycle sodium. La minéralisation de l'effluent est uniquement composée de sels de sodium stables et neutres. Il est toutefois nécessaire que les effluents des deux échangeurs soient mélangés en proportions telles que la quantité d'ions H libérée par l'échangeur en cycle hydrogène soit équivalente chimiquement à la quantité de bicarbonate de soude formée dans l'échangeur en cycle sodium, ce qui conduit à un réglage très délicat. D'autre part, le procédé n'est pas très économique, car une résine sulfonique nécessite pour sa régénération une quantité d'acide importante, voisine de 300 % de la théorie.
- L'autre consiste à monter en série un échangeur de cations carboxylique, régénéré en cycle hydrogène, avec un échangeur de cations sulfonique, régénéré en cycle sodium.

L'intérêt de cette combinaison est double : d'une part, il n'est plus nécessaire d'avoir un mélangeur de réglage délicat ; d'autre part, du fait que les résines carboxyliques possèdent la propriété intéressante de pouvoir être régénérées avec une quantité d'acide voisine de 120 % de la théorie, il en résulte une économie d'acide de 200 % environ, par rapport au procédé précédent.

b) Déminéralisation totale avec suppression de la silice

C'est le cas d'un traitement d'eau destiné à un générateur de vapeur haute pression.

Le premier stade de l'épuration est l'échange de cations.

L'analyse de l'eau brute permet de définir l'échangeur de cations à utiliser.

UTILITES

1. Dans le cas où la salinité totale de l'eau est peu élevée par rapport à la dureté temporaire, l'utilisation d'une résine carboxylique en amont d'un échangeur sulfonique est d'une rentabilité discutable. Son emploi peut se justifier par une économie d'acide de régénération, mais, du fait de l'élimination de la dureté temporaire par l'échangeur de cations faible, le pourcentage de sodium par rapport au total des cations sera élevé à l'entrée du cation sulfonique et la consommation d'acide augmentera considérablement.

On utilisera, dans ce cas, un échangeur de cations sulfonique seul.

2. Si la salinité totale de l'eau est élevée par rapport à la dureté temporaire, la décarbonatation ne modifie pas de manière trop importante le pourcentage de sodium par rapport au total des cations et la consommation d'acide sera normale. La disposition à adopter comprend un échangeur carboxylique pour l'élimination de la dureté temporaire, suivi d'un échangeur sulfonique.

Le second stade de l'épuration est l'échange des anions des acides forts.

Avec des eaux de minéralisation moyenne et de teneur en anions forts supérieure à 40 %, le procédé d'élimination séparée des anions forts et des anions faibles conduit à des dépenses de résines et de réactif plus faibles.

Le troisième stade de l'épuration est un dégazage qui évacue le CO_2 dissous. L'eau pulvérisée à la partie supérieure d'une tour de ruissellement reçoit l'effet d'un violent courant d'air arrivant par le bas. La teneur en CO_2 à la suite de ce dégazage est inférieure à 5 milligrammes par litre.

Le quatrième stade de l'épuration est le désiliçage.

Du fait de son passage dans la tour de dégazage, l'eau, à l'entrée de l'échangeur d'anions forts, ne contiendra plus que de la silice et des traces de CO_2 .

Quand la teneur en silice par rapport au total des anions est supérieure à 25 %, la résine utilisée sera du type n° 1.

Le passage en série dans les différents échangeurs donne donc une eau totalement déminéralisée.

UTILITES

Remarque. - En cours de fonctionnement d'un échangeur, il se produit toujours une petite fuite ionique (leakage) qui se retrouve dans l'effluent :

- Dans celui des cations, l'on trouvera du Na ;
- Dans celui des anions faibles, du Cl ;
- Dans celui des anions forts, de la silice.

Ces fuites sont fonction de la minéralisation de l'eau à l'entrée de l'appareil et en raison inverse de la quantité de régénérant utilisée.

C'est la raison pour laquelle on trouve parfois, en fin de chaîne, un petit échangeur de cations carboxylique, qui permet d'absorber les fuites de l'ensemble.

Les eaux d'alimentation sont ainsi débarrassées de tous les minéraux et de l'acide carbonique qu'elles contiennent. Il convient encore d'éliminer l'oxygène qui s'y trouve généralement à l'état dissous et qui, au-dessus d'une teneur de 0,003 milligramme par litre, amènerait de notables corrosions à la chaudière.

Cette élimination d'oxygène se fait partiellement dans un dégazeur physique analogue à celui qui nous a servi à l'élimination du CO₂ et elle se perfectionne par addition d'hydrate d'hydrazine. Cet hydrate donne avec l'oxygène des combinaisons volatiles et contribue à maintenir l'alcalinité de l'eau qui est tout à fait nécessaire pour éviter la corrosion interne des chaudières.

Corrosion interne des chaudières

L'eau pure a un pH de 7 et dès 20° elle attaque le fer. Cette attaque s'accélère lorsque le pH diminue et ceci se produit en particulier lors de l'élévation de la température de l'eau qui provoque une augmentation de la dissociation. L'eau cesse d'être agressive dès que le pH atteint 9,8 par suite de la formation d'une pellicule d'hydrate ferreux à la surface du métal, mais pour l'obtenir à 200° il faudrait théoriquement partir d'un pH à froid de 13.

UTILITES

L'augmentation du pH est réalisée par l'introduction d'une certaine quantité d'ions OH dans l'eau d'alimentation, sous forme de soude caustique, de façon à obtenir un pH compris entre 10,5 et 11,5. Si l'eau est trop alcaline, il se produit une destruction de la pellicule et, par suite, une nouvelle attaque corrosive. Il peut même se produire le phénomène de "fragilité caustique" qui se caractérise par des cassures visibles en surface dans les zones de contraintes mécaniques élevées (rivets, coutures, dudgeonnages). Ces cassures sont des fissures intercrystallines occasionnées par une attaque des espaces inter-granulaires de l'acier par la soude caustique légèrement silicatée à la concentration d'au moins 75 g/l.

La soude caustique, qui sert à donner à l'eau son degré alcalimétrique requis, précipite également les traces de corps "durcissants" qui peuvent encore exister dans l'eau et neutralise l'acide carbonique. On ajoute généralement à la soude caustique un peu de phosphate trisodique qui, au contact du fer, se transforme en phosphate de fer. Ce phosphate se dépose uniformément sur les parois et les protège des actions corrosives de O_2 et CO_2 .

Le contrôle de l'eau en chaudière s'effectue périodiquement et les principales analyses portent sur la mesure :

Du titre alcalimétrique apparent (TA) qui donne le pH ;

Du titre alcalimétrique complet (TAC) qui indique l'alcalinité globale de l'eau ;

(On effectue une neutralisation de l'eau alcaline jusqu'à $pH = 4,4$;

De l'alcalinité caustique ou teneur en soude (TA.OH) ;

De la teneur en chlorures (NaCl) ;

De la teneur en phosphates (PO_4) ;

De la teneur en silice (SiO_2).

A titre indicatif, signalons que pour une chaudière fonctionnant à 60 bars et produisant de la vapeur surchauffée à $485^\circ C$ l'analyse de l'eau donne :

UTILITES

TA = 3 à 5°, ce qui correspond à un pH compris entre 10,8 et 11

TAC = 5 à 7° soit 50 à 75 mg/l de $\text{CO}_3 \text{Na}_2$

TA.OH = 0,5 à 2° soit 4 à 16 mg/l Na OH

NaCl = 0

Po₄ = 20 à 30 mg/l

SiO₂ = 2 à 5 mg/l.

B. - DISTRIBUTION DE LA VAPEUR

La distribution de la vapeur dans la raffinerie se fait par l'intermédiaire de collecteurs principaux et secondaires de moyenne (15 bars) et basse (4 bars) pression.

Au départ de la centrale la vapeur est surchauffée.

Des purgeurs sont placés aux points bas de façon à recueillir l'eau qui se condense lors de la mise en service, ainsi que celle qui se forme en marche au fur et à mesure de la saturation de la vapeur.

Les collecteurs 15 bars alimentent les petites turbines à contre-pression des unités qui évacuent dans le collecteur 4 bars, les turbines à condensation de notable puissance de certaines unités modernes type platforming, ainsi que les injections de vapeur dans les tours et strip-pers des unités.

Les collecteurs 4 bars servent surtout au réchauffage des réservoirs à fuel. Certaines unités possèdent dans leurs fours un surchauffeur recevant de la vapeur 4 bars des centrales et élevant sa température à 450° environ pour utilisation dans l'unité.

Dans chaque unité, des purgeurs recueillent les eaux condensées qui sont collectées dans une bache qui est automatiquement vidée par des pompes refoulant au réseau général des eaux condensées retournant à la centrale.

UTILITES

Il en est de même pour les réservoirs et par ce système l'on récupère une quantité d'eau égale à environ 50 % du tonnage de vapeur distribué en raffinerie.

C. - PRODUCTION D'ELECTRICITE

Dans les petites raffineries qui ne consomment pas beaucoup de vapeur de chauffe, il ne paraît pas intéressant d'utiliser la vapeur pour produire de l'électricité. On emploie plutôt des moteurs Diesel ou quelquefois des turbines à gaz. On commence à voir quelques générateurs à pistons libres, dont l'échappement fait tourner une turbine à gaz. Tous ces moteurs et turbines entraînent des alternateurs à 50 périodes.

S'il existe dans le voisinage un réseau public de distribution d'électricité, comme celui de l'E.D.F. en France, et si le courant y est vraiment disponible d'une manière permanente et à un tarif convenable, il peut être avantageux pour la raffinerie de s'y raccorder.

Il y aurait beaucoup à dire sur chacun de ces systèmes de production d'électricité, mais ce n'est pas l'objet de ce cours sommaire et nous ne nous occuperons que du système à la vapeur qui convient le mieux à notre grande raffinerie qui consomme beaucoup de vapeur de chauffe.

Intérêt de l'emploi des turbo-alternateurs à contre-pression pour la production d'électricité

Un alternateur peut être entraîné par 3 types de turbines à vapeur :

1. Les turbines où toute la vapeur d'échappement est condensée ;
2. Celles où une partie de la vapeur est condensée, l'autre partie étant prélevée pour l'extérieur à une ou plusieurs pressions ;
3. Celles qui n'ont pas de condenseur et qui fonctionnent par conséquent avec contre-pression et, éventuellement, avec prélèvement de vapeur.

Le mode de fonctionnement des turbines des types 2 et 3 peut être représenté par les diagrammes de Sankey ci-après :

UTILITES

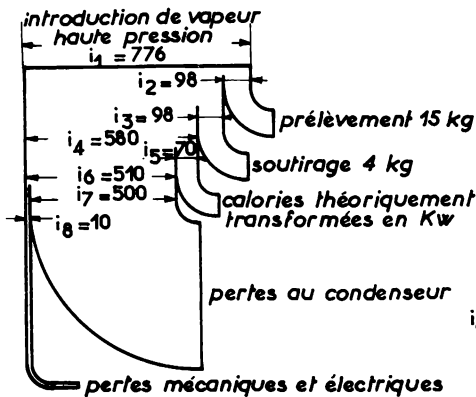


Fig.3. Diagramme de Sankey d'un turbo-alternateur à condensation.

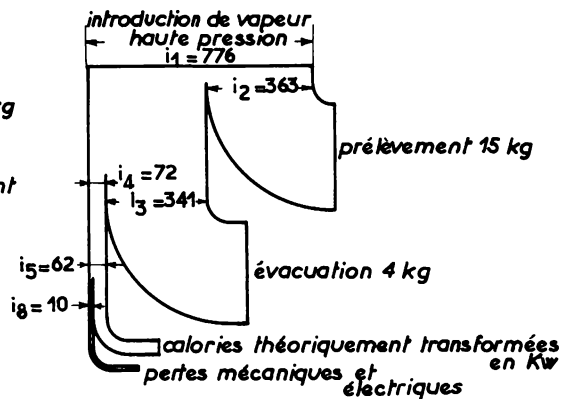


Fig.4. Diagramme de Sankey d'un turbo-alternateur à contrepression.

Le premier type à simple condensation est celui qui est adopté dans toutes les grandes centrales électriques où l'on n'a en général rien d'autre à faire avec la vapeur (sauf la consommation intérieure de la centrale) que de produire de l'électricité. L'emploi de très hautes pressions (150 bars et plus) et de hautes surchauffes dans des turbines de 100 000 à 200 000 kW a permis d'abaisser à environ 2 100 millithermies la chaleur nécessaire pour faire un kilowatt-heure.

Le troisième type à contre-pression, c'est-à-dire dont l'échappement de vapeur est entièrement utilisé dans l'usine pour la chauffe et la force motrice, permet des consommations au kilowatt-heure plus réduites qu'avec le premier type, sans qu'il soit nécessaire d'adopter d'aussi hautes pressions et températures.

Le calcul peut en être fait simplement.

Nous produisons de la vapeur à 60 bars et 450° dont l'enthalpie est de 776 thermies par tonne et nous la faisons travailler dans une turbine de rendement 0,75 jusqu'à ce que sa pression soit abaissée à 4 bars. On obtiendra à l'échappement, d'après le diagramme de Mollier, 675 thermies par tonne à une température de 185°C.

Sachant que l'équivalent calorifique de 1 kWh est de 860 millithermies et que le rendement de l'alternateur est de 94 %, chaque

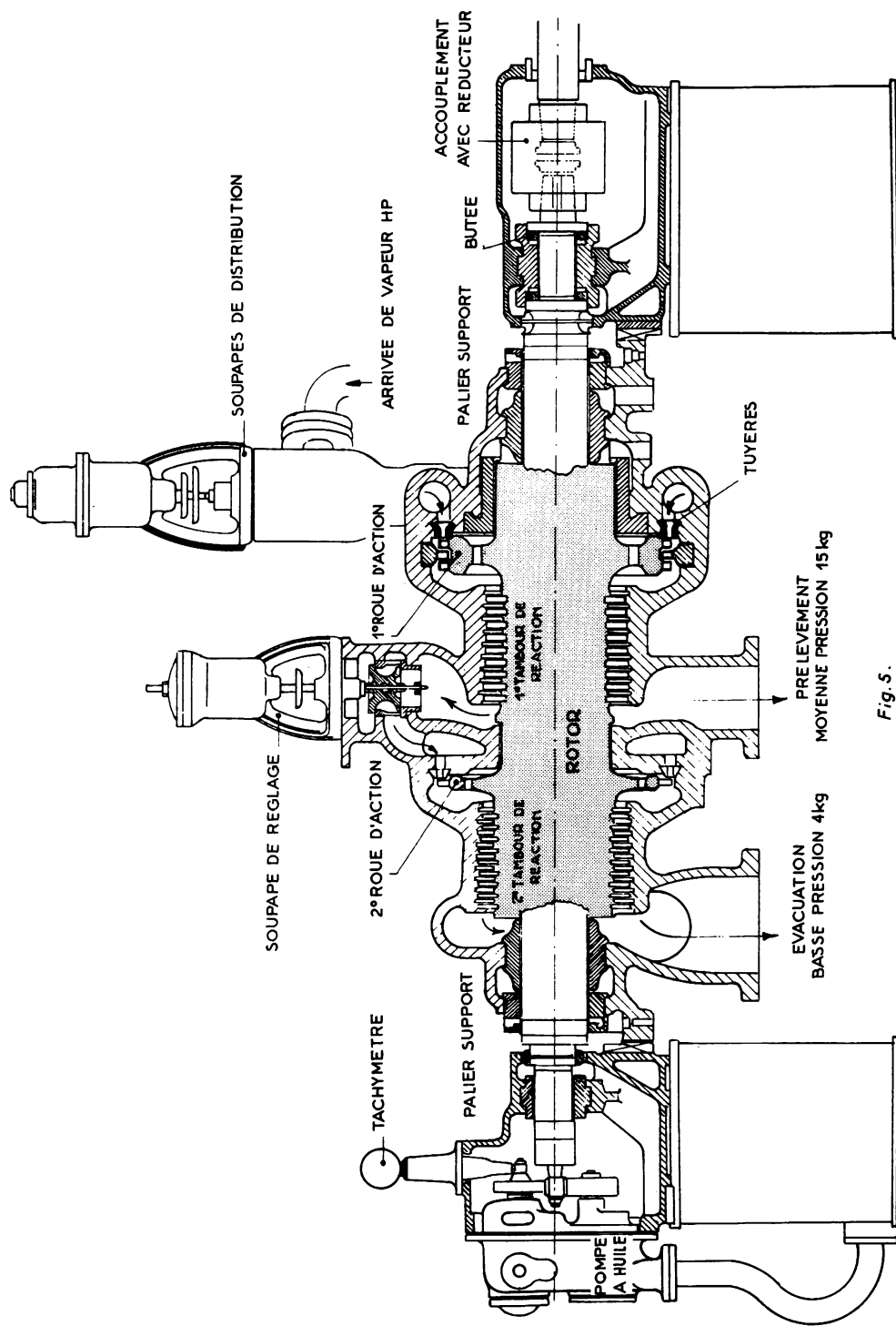


Fig. 5.

COUPE D'UNE TURBINE A PRELEVEMENT ET A CONTREPRESSION.

UTILITES

kilogramme de vapeur ayant travaillé dans la turbine donne :

$$\frac{776 - 675}{860} \times 0,94 = 0,110 \text{ kWh}$$

La quantité de chaleur nécessaire pour produire 1 kWh par détente dans les conditions ci-dessus peut s'en déduire en tenant compte de ce que le rendement de la chaudière est 0,8 :

$$\frac{776 - 675}{0,8} \times \frac{1}{0,110} = 1\,147 \text{ millithermies par kilowatt-heure}$$

En fait, on doit toujours compter en plus une certaine consommation de vapeur de la centrale elle-même et la quantité de chaleur nécessaire pour faire 1 kilowatt-heure, toutes servitudes comprises, est un peu supérieure à ce nombre. Il n'en reste pas moins que dans les usines où l'on a besoin de vapeur de chauffe un turbo-alternateur à contre-pression produit des kilowattheures beaucoup moins chers que les grandes centrales modernes équipées de turbines à condensation, car la vapeur détendue est valorisée.

Le type intermédiaire dont nous avons parlé, turbine à condensation avec soutirage de vapeur, est notablement moins économique que celui à contre-pression, mais certaines centrales de raffineries et de sucreries en possèdent encore, car ce système est moins rigide que celui à contre-pression dont la fourniture d'électricité est en relation stricte avec les besoins de vapeur dans l'usine.

En été, par exemple, où les réchauffages de réservoirs consomment beaucoup moins de vapeur qu'en hiver, la production d'électricité de la centrale avec ses turbo-alternateurs à contre-pression sera, par voie de conséquence, moins importante aussi qu'en hiver. Or, les besoins de kilowattheures en raffinerie sont généralement plus forts en été qu'en hiver, car il faut pomper plus d'eau pour la réfrigération des condenseurs des unités de fabrication ; on sera donc amené à faire appel, soit à d'autres moyens autonomes de production d'électricité (Diesels, turbines à gaz), soit tout simplement au secteur public.

Description d'un turbo-alternateur à contre-pression

Voyons comment est constitué un turbo-alternateur de ce type (fig. 5).

UTILITES

Il se compose d'une turbine formée d'un rotor muni d'ailettes tournant dans un stator muni d'aubages, qui est équipé pour l'arrivée de vapeur haute pression, le départ du prélèvement moyenne pression (15 bars) et le départ de l'évacuation basse pression (4 bars).

Le rotor de la turbine est attelé, par l'intermédiaire d'un réducteur à engrenages, à l'inducteur de l'alternateur qui porte en bout d'arbre l'excitatrice.

L'inducteur tourne dans l'induit qui est le générateur du courant haute tension qui sera distribué dans la raffinerie.

Examinons d'abord la turbine.

La vapeur haute pression est introduite par l'intermédiaire de soupapes de distribution, commandées automatiquement et qui n'admettent dans la turbine que la vapeur strictement nécessaire.

Cette vapeur haute pression se détend dans les tuyères avant de frapper la première roue à action du rotor, puis travaille dans le premier tambour de réaction pour aboutir à la sortie de vapeur de prélèvement moyenne pression.

La quantité voulue de cette vapeur s'évacue au collecteur moyenne pression de la raffinerie et le complément continue son chemin dans la turbine en passant par d'autres soupapes de réglage, commandées automatiquement. La vapeur résiduelle se détend dans des tuyères puis frappe la deuxième roue à action du rotor, travaille dans le second tambour de réaction pour arriver à l'évacuation de la vapeur basse pression qui est reliée directement au collecteur correspondant de la raffinerie.

Le rendement d'une turbine augmentant avec sa vitesse de rotation, le rotor, sous l'impulsion de la vapeur, tournera à une vitesse qu'il sera nécessaire de contrôler, supérieure à celle exigée par l'alternateur pour l'obtention du courant aux caractéristiques désirées, d'où la nécessité du réducteur de vitesse.

Régulation du turbo-alternateur

La régulation du turbo-alternateur doit s'exercer sur les 3 points suivants :

UTILITES

La vitesse de rotation ;
La pression de prélèvement ;
La pression d'évacuation.

Ces trois éléments doivent en effet rester constants quelles que soient les variations de la charge, aussi bien électrique que vapeur, demandées au groupe.

La vitesse de rotation doit rester constante car elle définit la fréquence du courant produit. Quant aux pressions des vapeurs distribuées en raffinerie, il est évident que celles-ci doivent être les plus régulières possible.

Or, l'on ne dispose que de deux organes de réglage qui sont :

Les soupapes de distribution de vapeur vive ;
Les soupapes de réglage de soutirage.

Voyons si nous pourrions, avec ces 2 organes, réaliser la constance des 3 points précédents (fig. 6).

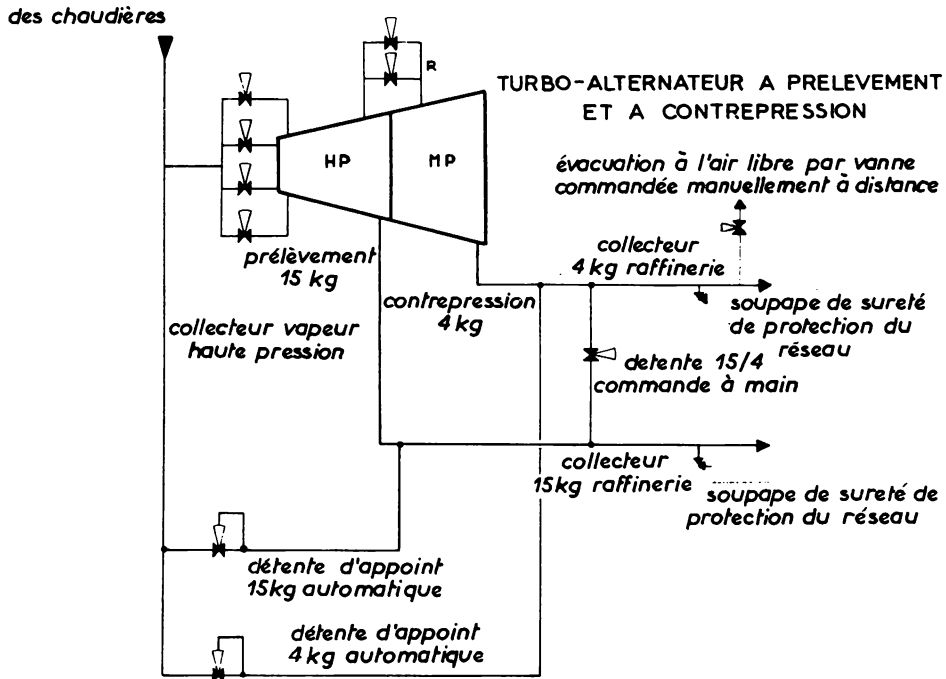


Fig. 6.

UTILITES

Remarquons que les turbo-alternateurs peuvent fonctionner soit en marche autonome, soit couplés en parallèle avec le réseau E.D.F. mais nous n'examinerons que le premier cas :

En marche autonome, le groupe doit à la fois maintenir sa vitesse constante en fournissant l'énergie électrique demandée et alimenter en vapeur le prélèvement et l'évacuation. Le réglage du premier point (vitesse de rotation) est impératif, on règle également le second (pression de prélèvement) assez soigneusement. Quant au troisième point, il est ce qu'il est et on peut heureusement l'ajuster par des manœuvres extérieures au turbo-alternateur.

Réglage de la pression de prélèvement

Le prélèvement moyenne pression est placé sur l'évacuation de la partie HP de la turbine. Deux vannes automatiques reliées à un régulateur de pression branché sur cette évacuation, assurent la constance de la pression par décharge du surplus de vapeur dans la partie MP de la turbine.

Le réglage de la pression de prélèvement moyenne pression n'est donc possible que si la partie MP de la turbine n'est pas saturée.

Quand le débit maximal de l'évacuation basse pression est atteint, la pression du prélèvement moyenne pression ne peut plus être réglée.

Le même phénomène se produit lorsque la partie basse pression de la turbine est encrassée par des dépôts de silice, d'où l'intérêt supplémentaire de maintenir en chaudière une teneur en silice aussi réduite que possible.

Réglage de la vitesse de rotation

Le régulateur centrifuge de vitesse attelé sur le rotor de la turbine fait varier, par décharge au carter, la pression d'huile réglée de commande des soupapes de distribution de vapeur haute pression à la turbine. Ces soupapes, en s'ouvrant ou en se fermant, admettent la quantité de vapeur requise.

Réglage de la contre-pression

Dans le cas de marche autonome, la constance de la pression

UTILITES

d'évacuation n'est pas réalisée. Si la demande électrique est inférieure aux possibilités de l'alternateur, compte tenu de la quantité de vapeur demandée, la pression de l'évacuation de vapeur sera inférieure à la pression voulue et il sera nécessaire de réaliser un appoint qui sera fourni par une détente directe de la vapeur 60 bars au travers d'un détendeur statique 60/4 bars.

Si la demande électrique est supérieure à ce que peut faire l'alternateur en tenant compte de la quantité de vapeur qui passe dans la turbine, la pression de vapeur au niveau de l'évacuation deviendra supérieure à la normale, il faudra alors en évacuer une partie à l'air libre. Ceci constitue une perte et on peut l'éviter en faisant appel à une autre source pour l'électricité complémentaire et en couplant notre alternateur avec cette autre source.

Possibilités de fonctionnement d'un turbo-alternateur à prélèvement et contre-pression

La figure 7 représente les possibilités de fonctionnement d'un turbo-alternateur. La puissance électrique qu'il est susceptible de fournir est fonction du débit de vapeur qui le traverse et l'influence du prélèvement moyenne pression est importante.

En effet, dans l'exemple choisi on s'aperçoit que, pour un prélèvement nul, la puissance électrique maximale réalisable est de 2 300 kilowatts, tandis que, pour un prélèvement de 15 t/h par exemple, cette puissance est de 3 400 kilowatts pour une introduction totale de vapeur de 41 t/h.

Aux points extrêmes des courbes, tel le point A, la partie MP de la turbine est saturée, les deux soupapes de réglage R de la figure 6 sont ouvertes en grand et il n'existe plus de réglage de la pression de prélèvement.

Toute augmentation de la puissance électrique se traduira par une montée de la pression de prélèvement, puis par le fonctionnement des soupapes de sûreté de protection du réseau.

Le débit de vapeur de prélèvement constitue donc l'une des données essentielles de l'équilibre que l'on doit réaliser entre les besoins en vapeur et en électricité.

Les données du problème sont :

UTILITES

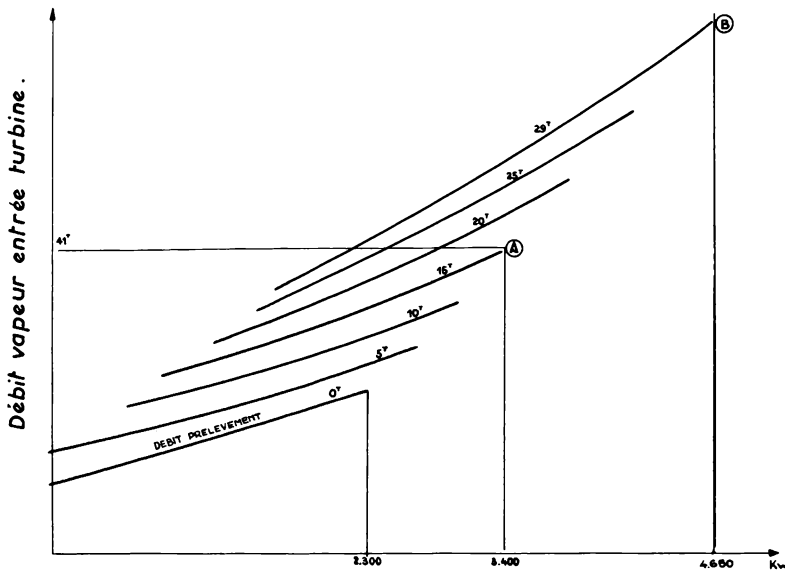


Fig.7. Graphique donnant la puissance électrique débitée par un turbo-alternateur en fonction de la quantité de vapeur introduite et du prélèvement.

- a. La puissance électrique totale demandée ;
- b. Les besoins en vapeur 15 et 4 bars.

Les consommations de vapeur sont fonction du nombre d'unités de raffinage en service, de leur importance relative, du nombre d'appareils à vapeur qu'elles possèdent, de la saison.

En hiver, la consommation de vapeur 4 bars, en particulier, est beaucoup plus importante qu'en été et il se pourrait que celle-ci dépasse les possibilités du turbo-alternateur.

Si la demande en vapeur 15 bars est relativement faible, 15 t/h par exemple, ce qui correspond au point A du schéma, le groupe fournira au maximum 3 400 kW et il sera nécessaire d'importer de l'E.D.F. le complément d'électricité à un prix qui est beaucoup plus élevé que celui produit par le groupe et de fournir par détente extérieure à la turbine l'appoint de vapeur basse pression nécessaire aux unités de la raffinerie.

Une détente 15/4 bars a donc été installée entre les deux réseaux et son ouverture manuelle permettra de changer de caractéristique

UTILITES

et de passer par exemple du point A au point B. L'alternateur fournira une puissance électrique de 4 650 kW, d'où réduction de l'importation E.D.F. de 1 250 kW et fermeture de la détente 60/4 bars qui est improductive.

Importation E. D. F.

L'importation E.D.F., autrement dit l'achat de courant au réseau de l'Electricité de France, est réglementée de façon très stricte. Elle fait l'objet, entre cette entreprise d'Etat et la raffinerie, d'un contrat qui fixe, d'une part, les redevances à verser pour importer une puissance maximale en exploitation normale et en secours en cas d'incident d'alternateur et, d'autre part, les prix du kilowatt-heure importé qui varient suivant les saisons, les jours de la semaine et les heures.

Le document de base est le "tarif vert" de l'E.D.F.

La figure 8, pour l'hiver, donne une idée des variations du prix du kilowatt-heure importé et l'on conçoit qu'à certains moments il y ait avantage à augmenter la consommation de vapeur en raffinerie et même d'en évacuer une certaine quantité à l'air libre, afin de produire soi-même plus d'électricité et de diminuer l'importation E.D.F. Il convient surtout d'éviter de sortir des limites du contrat normal et d'entrer dans le contrat de secours. Il y a intérêt par exemple à chauffer les réservoirs le jour et à couper la chauffe la nuit, aussi une liaison étroite doit-elle être établie entre le personnel de la centrale électrique et les utilisateurs de vapeur en raffinerie.

Le problème se complique du fait que les divers combustibles brûlés dans la chaudière : gaz, fuel, résidu sous vide et asphalte, ont des valeurs très différentes, aussi il est indispensable qu'une étude complète de ce problème soit effectuée et que, sous la forme de tableaux, des instructions précises permettent au personnel de la centrale électrique de connaître à chaque instant, suivant les différentes données, la solution la plus économique à adopter. Le prix marginal de la vapeur 4 bars varie dans des proportions considérables et des économies extrêmement importantes peuvent être réalisées en faisant varier les consommations de vapeur.

Signalons enfin qu'une pénalisation est appliquée si le facteur de puissance descend au-dessous de 0,866 et qu'une bonification est accordée au-dessus. Il est facile de maintenir un facteur de puissance

UTILITES

compris entre cette valeur et 1 en surexcitant l'inducteur de l'alternateur travaillant en parallèle avec l'E.D.F.

Etude sommaire de l'équilibre vapeur-électricité

a) Expressions générales

Les dépenses des centrales se composent de frais fixes, tels que dépenses de capital, frais de main-d'œuvre, frais d'entretien et de frais proportionnels se résumant à des acquisitions de combustible, d'eau épurée et d'électricité E.D.F.

Le problème de l'équilibre entre la production de vapeur et celle d'électricité consiste en la recherche du minimum de dépenses correspondant aux frais proportionnels, tout en satisfaisant aux besoins de l'usine en énergie.

Si nous désignons par :

- C le prix du kg de combustible ;
- K le nombre de kg de combustible nécessaire à la production d'une tonne de vapeur haute tension ;
- M la consommation en t/h de l'usine en vapeur moyenne pression ;
- B la consommation en t/h de l'usine en vapeur basse pression ;
- D le prix marginal de production d'un mètre cube d'eau épurée ;
- R le coefficient de perte d'eau condensée (R compris entre 0 (récupération totale) et 1 (récupération nulle).

Les frais proportionnels correspondant à la production de vapeur haute pression s'écrivent :

$$F_v = (CK + RD) (M + B)$$

Si l'on désigne maintenant par :

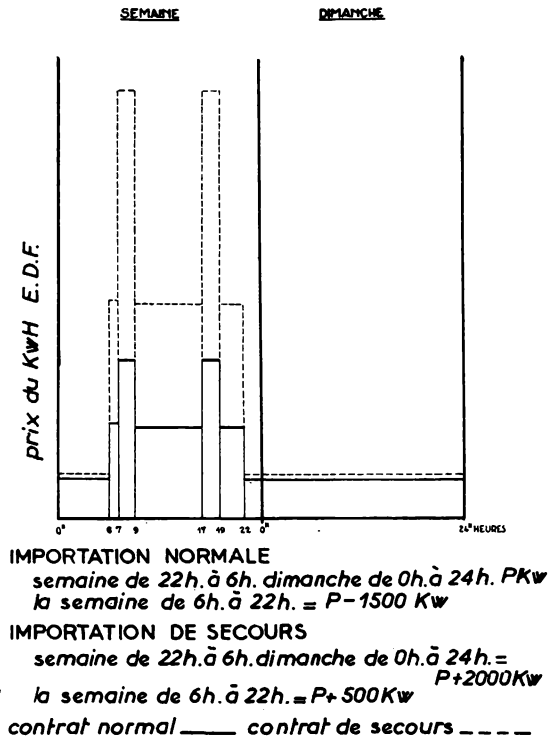


Fig.8. Période de décembre à février .

UTILITES

E la demande électrique horaire de l'usine ;
 E_O la production électrique horaire des centrales ;
 E' l'importation E. D. F. ;
 e le prix du kWh E. D. F.

et si l'on suppose que la production électrique des alternateurs peut se mettre sous la forme linéaire :

$$E_O = aM + bB - d ,$$

où a , b et d désignent des constantes.

On peut évaluer comme suit les dépenses d'électricité :

$$F_e = eE' = e (E - E_O)$$

d'où :

$$F_e = e [E - (aM + bB - d)]$$

Les dépenses totales des centrales s'écrivent :

$$\begin{aligned} F &= F_v + F_e \\ &= (CK + RD) (M + B) + e [E - (aM + bB - d)] \\ &= e (E + d) + M (CK + RD - ea) + B (CK + RD - eb) \end{aligned}$$

Le prix "marginal" de la tonne de vapeur moyenne pression est :

$$\begin{aligned} \frac{\partial F}{\partial M} &= CK + RD - ea = e \left[K \frac{C}{e} + D \frac{R}{e} - a \right] \\ &= e \left[K \frac{C + \alpha R}{e} - a \right], \end{aligned}$$

en posant :

$$\alpha = \frac{D}{K}$$

Celui de la tonne de vapeur basse pression est de même :

$$\begin{aligned} \frac{\partial F}{\partial B} &= CK + RD - eb = e \left[K \frac{C}{e} + D \frac{R}{e} - b \right] \\ &= e \left[K \frac{C + \alpha R}{e} - b \right] \end{aligned}$$

UTILITES

a et b sont des constantes.

K, D et α sont également pratiquement des constantes.

On voit donc que si $R = 0$ (récupération d'eau totale), suivant la valeur du rapport $\frac{C}{e}$, c'est-à-dire du rapport prix du kg de combustible sur prix du kWh E.D.F., une tonne de vapeur consommée en plus dans l'usine coûtera ou rapportera de l'argent.

La formule des dépenses totales des centrales devient donc :

$$F = e (E + d) + e M \left[K \frac{C + \alpha R}{e} - a \right] + e B \left[K \frac{C + \alpha R}{e} - b \right]$$

$$= e \left[E + M \left(K \frac{C + \alpha R}{e} - a \right) + B \left(K \frac{C + \alpha R}{e} - b \right) + d \right]$$

b) Application à un cas concret

1. Nous supposons que la vapeur est produite à 60 bars, que le nombre de kg de combustible nécessaire à la production d'une tonne de vapeur haute pression est de 80 et que le coût marginal de production d'un m³ d'eau épurée est de 0,80 F.

L'on peut écrire dans ces conditions :

$$K = 80 \qquad D = 0,80 \qquad \alpha = \frac{1}{100}$$

D'où, en posant :

$$r = \alpha R = \frac{R}{100}$$

$$F = e \left[E + M \left(80 \frac{C + r}{e} - a \right) + B \left(80 \frac{C + r}{e} - b \right) + d \right]$$

et, en écrivant :

$$p = \frac{C + r}{e}$$

l'on aura :

$$F = e \left[E + M (80 p - a) + B (80 p - b) + d \right]$$

UTILITES

E est imposé en général par la marche de l'usine ; e est une constante pour une saison et pour une heure données.

2. Nous supposons d'autre part que nos turbo-alternateurs, introduisant de la vapeur haute pression à 60 bars, possèdent un soutirage moyenne pression de 29 tonnes/heure en vapeur 15 bars et évacuent en contre-pression, à 4 bars, avec un débit maximal de 26 tonnes/heure.

La production électrique d'un turbo-alternateur peut être représentée par l'expression :

$$E_0 = 74,3 M + 138 B - 1320$$

avec $M \leq 29$ et $B \leq 26$.

On a donc :

$a = 74,3$, $b = 138$ et $d = 1320$ pour un alternateur en service,
 $d = 2640$ pour deux alternateurs en service.

Les dépenses F s'écrivent alors :

$$F = e [E + M (80 p - 74,3) + B (80 p - 138) + d]$$

Expression qui varie, pour une consommation électrique donnée et un groupement de chaudières donné, comme :

$$F' = e [M (80 p - 74,3) + B (80 p - 138) + d]$$

Le prix marginal de la tonne de vapeur 15 bars est :

$$e (80 p - 74,3) F/h$$

ou :

$$80 (C + r) - 74,3 e F/h$$

Celui de la tonne de vapeur 4 bars est :

$$e (80 p - 138) F/h$$

ou :

$$80 (C + r) - 138 e F/h$$

AU

N. B. - Les valeurs marginales négatives de la tonne de vapeur 15 ou 4 bars représentent le gain réalisé par la consommation supplémentaire d'une tonne de vapeur correspondante.

UTILITES

Ces formules permettent d'établir un tableau qui, sur la base d'une récupération moyenne d'eau ($R = 0,5$) donne, pour les divers combustibles utilisables et pour les différentes heures des différentes saisons, les prix marginaux de la vapeur moyenne et basse pression sortant des turbo-alternateurs.

Protection des alternateurs

Les alternateurs possèdent un certain nombre de protections qui, soit en faisant actionner un klaxon et une signalisation lumineuse, soit en ouvrant le disjoncteur, protègent l'alternateur contre des avaries graves dans le cas de conditions de marche anormales et dangereuses.

Parmi celles qui déclenchent le disjoncteur de l'alternateur citons :

Protection à maximum d'intensité ;

Protection à maximum de tension ;

Protection différentielle qui agit quand il se produit un déséquilibre dans le courant traversant une des phases de l'alternateur, de part et d'autre de la machine, ce qui détecte un défaut interne de l'induit ;

Protection de terre qui agit lorsqu'apparaît une masse ayant une certaine valeur.

Celles qui actionnent une signalisation lumineuse et acoustique sont les suivantes :

Protection de surcharge thermique de la machine ;

Protection de masse rotorique qui agit quand une masse se déclare dans le rotor.

Protection E. D. F.

L'importation E. D. F. se fait en général sous une tension de 15 000 volts, quelquefois de 90 000 volts, et il est nécessaire d'utiliser

UTILITES

des transformateurs pour ramener cette tension à celle du courant produit par les alternateurs : 3 200 ou 5 500 volts.

La figure 9 représente la liaison de l'importation E. D. F. avec les barres sur lesquelles débitent les turbo-alternateurs et d'où partent les départs vers les postes de distribution du courant dans la raffinerie.

Le schéma représenté est simplifié à l'extrême, mais en réalité chaque source et chaque départ possèdent des sectionneurs permettant de les placer sur l'un ou l'autre jeu de barres. A signaler cependant que l'on ne peut mettre les 2 jeux de barres en parallèle par les sectionneurs, un dispositif mécanique l'interdit, ainsi qu'un dispositif de verrouillage électro-magnétique.

Les protections représentées sur le schéma sont de deux ordres :

- Les unes qui protègent l'E. D. F. contre les incidents pouvant survenir chez l'utilisateur ;
- Les autres qui protègent l'utilisateur contre les chutes de tension et de fréquence du réseau E. D. F.

Les premières sont constituées par les relais à maximums d'intensité RMA_3 et RSA_2 , qui agissent sur le disjoncteur général D_3 , et S qui agissent sur les disjoncteurs D_4 et D_5 des transformateurs, ainsi que par les relais à retour de puissance RW_2 qui séparent l'utilisateur de l'E. D. F. quand l'exportation atteint 500 kW.

Les secondes sont constituées par les relais à chute et à maximums de tension RMV_3 et RMV_4 qui fonctionnent quand la tension E. D. F. tombe au-dessous de 10 225 volts ou atteint 17 000 volts.

L'on remarquera sur la figure que sur le jeu de barres n° 1 l'on trouve les départs des postes non prioritaires, c'est-à-dire pour lesquels une coupure de courant provoque simplement un arrêt de fabrication, et les arrivées E. D. F.

Sur le jeu de barres n° 2 sont branchés les alternateurs et les départs prioritaires, c'est-à-dire les unités à feu.

Ces deux jeux de barres peuvent être liaisonnés par le disjoncteur de couplage.

Supposons que les alternateurs soient couplés avec l'E. D. F. et

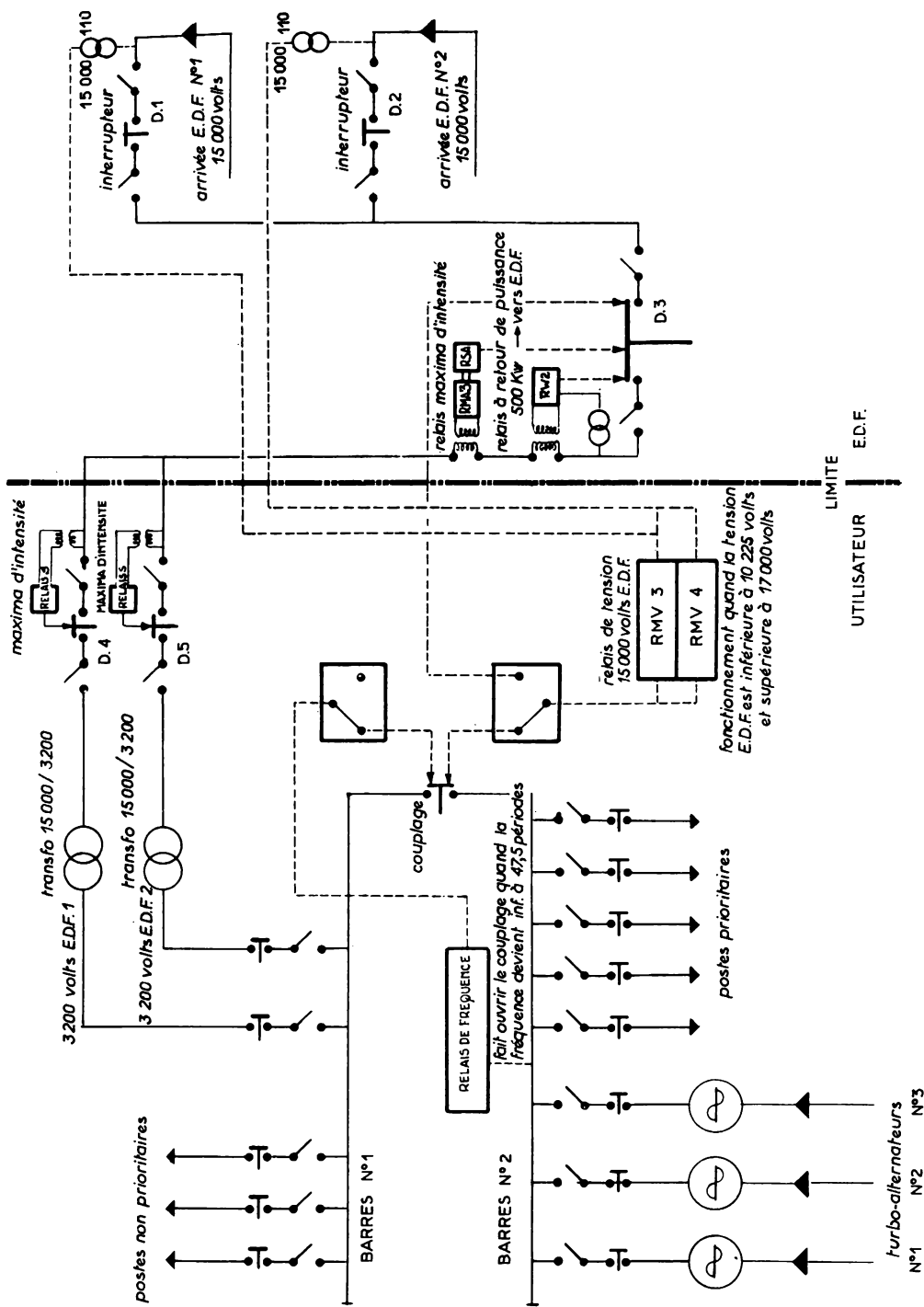


Fig. 9. Schéma simplifié de la production, de l'importation, de la distribution et des protections électriques.

UTILITES

qu'une panne de celle-ci survienne. Si le nombre d'alternateurs en service ne permet pas d'alimenter toute la raffinerie, l'action des relais à chute de tension est dirigée vers le disjoncteur de couplage. Une baisse importante de la tension fait ouvrir ce disjoncteur et les alternateurs débitent alors sur les prioritaires tandis que l'E.D.F. reprendra tout à l'heure les non prioritaires qui subissent seuls le contre-coup de l'incident E.D.F. Quand la perturbation a cessé, on recouple les deux jeux de barres : fermeture du disjoncteur de couplage avec utilisation du bloc de synchronisation.

Au cas où les alternateurs en fonction peuvent alimenter la totalité des postes, l'action des relais de tension est dirigée vers le disjoncteur D₃ qui, en s'ouvrant, sépare l'utilisateur de l'E.D.F.

Un relais de fréquence branché sur les jeux de barres prioritaires agit sur le couplage si la fréquence de l'E.D.F. diminue au-dessous de 47,5 périodes.

D. - DISTRIBUTION ELECTRIQUE

Des cellules de la Centrale électrique partent les câbles haute tension souterrains desservant les postes de transformation se trouvant à proximité des unités. Chaque unité importante possède son poste particulier.

Un poste de transformation se compose (figure 10) d'un jeu de barres recevant le courant haute tension. Cette alimentation peut être normale, c'est-à-dire venir directement de la cellule correspondante de la Centrale électrique, soit en secours, c'est-à-dire provenir soit d'un autre poste, soit d'une cellule dite de "secours" de la Centrale électrique d'où part un câble spécial desservant tous les postes de transformation de la raffinerie.

De ce jeu de barres partent les alimentations des moteurs électriques haute tension, c'est-à-dire de puissance supérieure à 80 ch et les alimentations des transformateurs 3 200/380/220/étoile-triangle neutre sorti.

Ceux-ci débitent sur un jeu de barres basse tension d'où partent les câbles des moteurs de puissance inférieure à 80 ch alimentés en 380 V. La cellule d'éclairage est branchée sur ce jeu de barres où se trouve également le neutre venant des transformateurs, comme indiqué sur le cartouche de la figure 10.

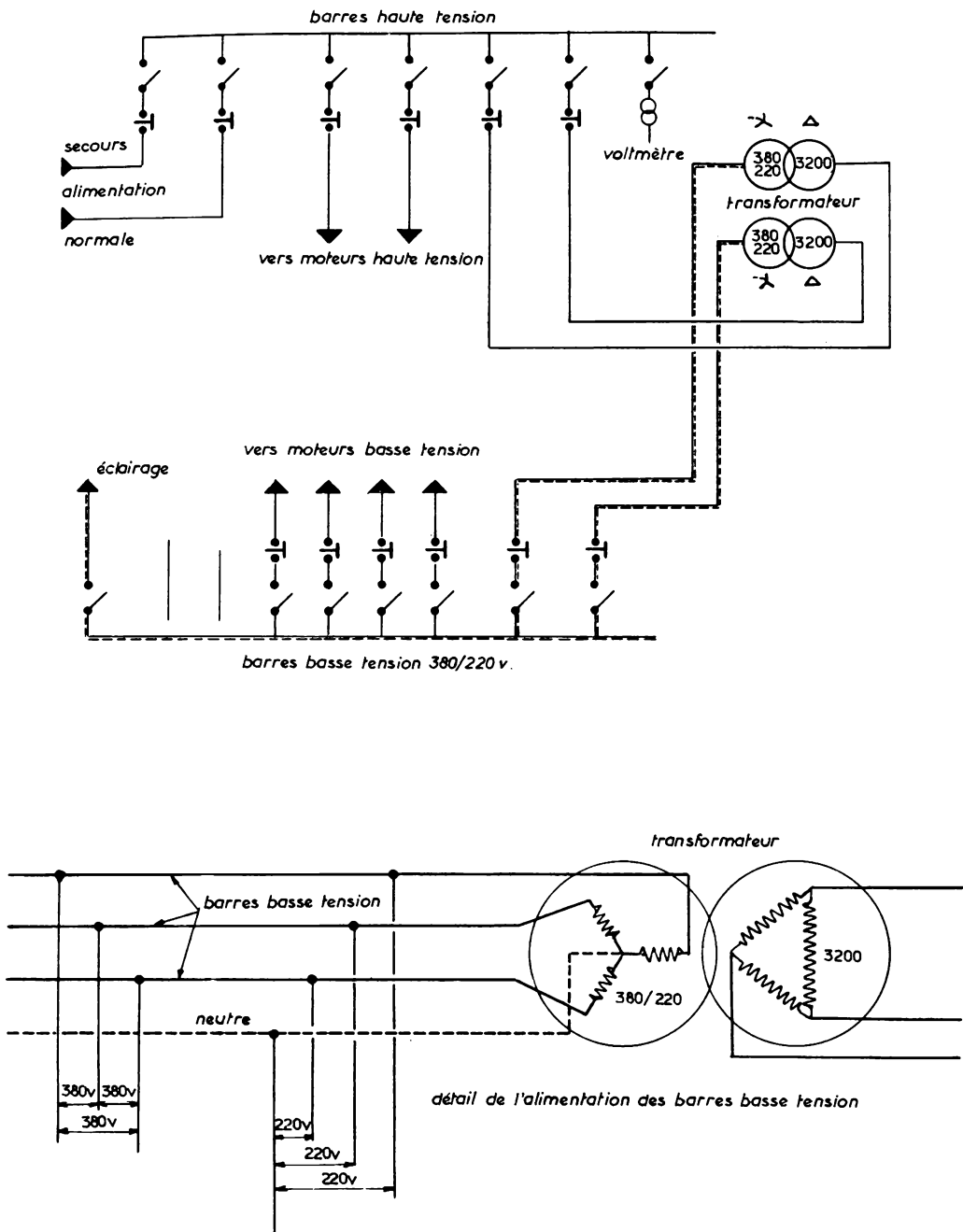


Fig.10. Schéma d'un poste de transformation.

UTILITES

Chaque départ haute et basse tension possède deux relais de protection à maximum d'intensité, un relais de terre et un relais thermique dont les contacts "travail" ferment le circuit de la bobine à émission de courant du disjoncteur correspondant.

La tendance actuelle est le démarrage direct afin de simplifier l'appareillage électrique. Dans ce cas, les relais sont réglés de manière à absorber la pointe de démarrage. Parfois, les protections sont mises hors service pendant la durée du démarrage.

Certains moteurs ont un démarrage Etoile Triangle ou par auto-transformateur.

Les moteurs sont du type asynchrone à simple et double cage.

Quelques moteurs spécialisés pour l'entraînement des compresseurs sont du type synchrone.

Tous les câbles sont enterrés et sont du type armé, isolés au papier imprégné.

E. - PRODUCTION ET DISTRIBUTION D'EAU DE REFRIGERATION

Le fluide de réfrigération utilisé peut être soit l'eau salée si la raffinerie est placée au voisinage immédiat de la mer, soit l'eau douce ou saumâtre d'un cours d'eau, soit l'eau douce traitée d'un réfrigérant à ruissellement en circuit fermé. Il existe aussi des réfrigérants à air et il est probable qu'il y en aura beaucoup plus dans quelques années.

a) Réfrigération en circuit ouvert

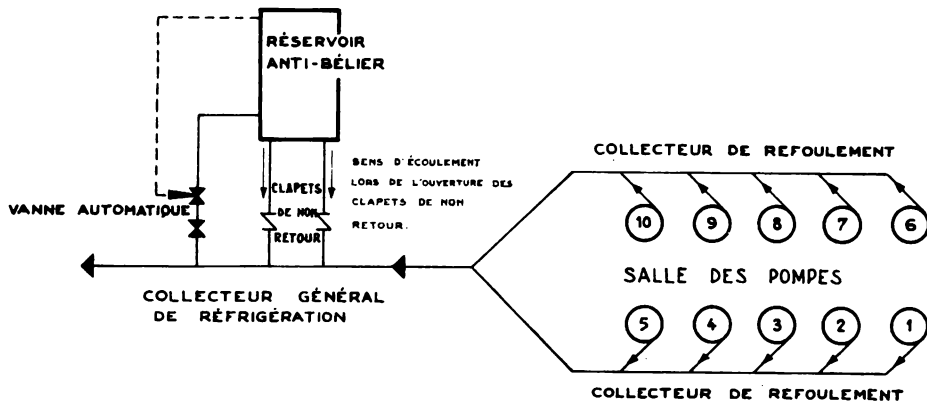
Quand on utilise l'eau, ce qui est le cas général en France, celle-ci doit être préalablement filtrée pour éviter d'introduire dans les pompes les herbes et poissons qui risqueraient de les détériorer. Il faut éviter également, dans toute la mesure du possible, l'encrassement des circuits de réfrigération. La filtration est souvent réalisée par une grille rotative du type à entrée bi-latérale et à sortie axiale dans laquelle l'eau brute passe de l'extérieur vers l'intérieur.

Les pompes utilisées sont, en général, du type hélice immergée, à axe vertical, d'un débit identique. Une ou deux pompes d'appoint, d'un débit plus réduit, permettent de maintenir la pression à une valeur à peu près fixe, quel que soit le débit demandé.

UTILITES

Les refoulements des pompes sont collectés à une tuyauterie de gros diamètre sur laquelle est fixé l'appareil anti-bélier. La protection contre les coups de bélier qui pourraient se produire lors d'un arrêt total des pompes, est réalisée par un réservoir, ouvert à l'air libre et relié à sa partie inférieure au collecteur général de refoulement par deux clapets de non-retour, de grandes dimensions.

Si un vide tend à se produire, les clapets de non-retour s'ouvrent, entraînant la vidange du réservoir dans la tuyauterie. Son remplissage est assuré automatiquement par une vanne commandée par un flotteur.



Les collecteurs de refoulement des pompes et le départ du collecteur général de réfrigération sont en acier. Ce dernier se divise en plusieurs antennes qui sont reliées aux unités par des piquages et des vannes d'isolement. Ces antennes et leurs accessoires sont en fonte. La stabilité de l'ensemble du réseau est assurée au moyen de butées en béton armé placées aux changements de direction des conduites.

Il n'existe pas, en général, de château d'eau formant tampon et réserve en cas d'avarie des pompes.

On se prémunit contre un arrêt général de la réfrigération, soit par la combinaison de moto-pompes électriques avec des turbo-pompes à vapeur, soit assurant aux moto-pompes électriques, dans le cas où celles-ci sont seules employées, des possibilités d'alimentation par des sources séparées.

Certaines raffineries complètent leur installation de pompage

UTILITES

d'eau de réfrigération par un dispositif électrique ayant pour but d'éloigner les poissons de la prise d'eau et par un système de chloration destiné, dans le cas d'utilisation d'eau de mer, à éviter la prolifération des moules dans les circuits de réfrigération.

L'eau de mer est génératrice de corrosions, aussi les réfrigérants et condenseurs qu'elle refroidit doivent être confectionnés en bronzes spéciaux. Cette précaution ne met cependant pas à l'abri de surprises, car une même qualité de métal a parfois un comportement différent suivant l'unité où elle est utilisée. Certains bronzes spéciaux ont aussi tendance à se désaluminiser et à perdre leur résistance mécanique. Enfin, il est parfois plus rentable d'utiliser des tubes en acier qui se corrodent plus rapidement et qu'il faut remplacer plus souvent, plutôt que des tubes en bronze ou en laiton beaucoup plus onéreux à l'achat.

b) Réfrigération en circuit fermé

Certaines raffineries utilisent de l'eau douce traitée, refroidie dans un réfrigérant à ruissellement, dont le principe est le suivant :

Le refroidissement s'effectue au moyen de l'air atmosphérique, que l'on fait circuler à contre-courant avec l'eau à refroidir, finement divisée. L'air, au contact de l'eau, s'échauffe et passe de l'humidité ambiante à une humidité proche de la saturation, en évaporant une partie de l'eau à refroidir. Cette double action se traduit par l'égalité :

$$E (T_1 - T_2) + e T_2 = A (H_2 - H_1)$$

En appelant :

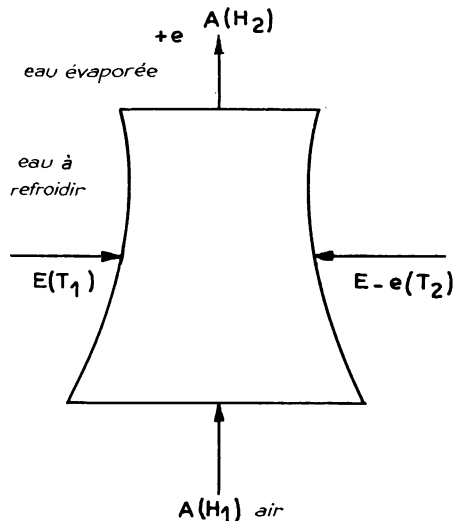
E le débit d'eau sur la tour en kg/h.

T_1 et T_2 les températures respectives de l'eau à l'entrée et à la sortie.

e la quantité d'eau évaporée (à compenser par appoint), en kg/h.

A le débit d'air sec en kg/h.

H_1 et H_2 les enthalpies de l'air humide rapportées au kg d'air sec, à l'entrée et à la sortie.



UTILITES

La chaleur spécifique de l'eau est prise égale à 1.

Si l'on désigne par x_1 et x_2 l'humidité de l'air à l'entrée et à la sortie, exprimée en kilogrammes d'eau par kilogramme d'air sec, on a :

$$e = A (x_2 - x_1)$$

D'où, par substitution dans l'égalité précédente :

$$E (T_1 - T_2) + A (x_2 - x_1) T_2 = A (H_2 - H_1)$$

La quantité d'air nécessaire à la réfrigération demandée a pour valeur :

$$A = \frac{E (T_1 - T_2)}{H_2 - H_1 - (x_2 - x_1) T_2}$$

L'eau chaude venant de l'usine se déverse dans une citerne placée sous la salle de pompes. Une ou plusieurs pompes à eau chaude aspirent cette eau et la refoulent à la partie supérieure d'un réfrigérant où un chicanage la divise en fines particules. A la partie inférieure, un certain nombre de ventilateurs aspirent l'air extérieur et le refoulent en contre-courant de l'eau à refroidir. Cet air vaporise une certaine quantité d'eau jusqu'à sa saturation à la température de sortie du réfrigérant. La quantité de chaleur emportée par l'air refroidit l'eau qui tombe dans une citerne placée sous le réfrigérant.

Cette eau refroidie est ensuite pompée et dirigée vers les réfrigérants de l'unité et le cycle recommence. La perte d'eau correspondant à l'évaporation est de 1 % environ et est compensée par un appoint réglé automatiquement.

L'eau douce qui circule en circuit fermé doit être traitée pour éviter l'entartrage des circuits, dû principalement à la décomposition des bicarbonates avec précipitation des carbonates incrustants. Le traitement généralement appliqué consiste à introduire dans l'eau froide des polyphosphates qui empêchent cette précipitation et qui forment avec le calcium et le magnésium en particulier, des complexes qui séquestrent ces métaux. Le pouvoir de séquestration varie avec le pH, la température et la concentration.

UTILITES

La concentration optimale est maintenue par des purges de dé-concentration.

Les eaux aérées et tièdes des circuits de réfrigération favorisent le développement d'une faune et d'une flore qui ont une action nuisible sur le bois des réfrigérants. La destruction de ce plancton se fait par addition de sulfate de cuivre et d'hypochlorites.

F. - PRODUCTION ET DISTRIBUTION D'AIR COMPRIME

En raffinerie, l'air comprimé est utilisé à deux fins distinctes :

1. Alimentation des instruments de contrôle pneumatiques ;
2. Utilisation d'outillage pneumatique, chasses de tuyauteries et ramonage des chaudières.

Les sources sont constituées par des compresseurs alternatifs ou rotatifs mus par moteurs électriques, en général synchrones, ou par turbines à vapeur.

Les compresseurs alternatifs ont l'inconvénient de nécessiter un graissage intérieur et il est très difficile par la suite d'éliminer l'huile introduite dans les cylindres. Cette huile se dépose dans les petits orifices des instruments de contrôle, occasionnant des perturbations et des dérèglages.

Ces compresseurs sont à deux phases, BP et HP, avec réfrigération intermédiaire et réfrigération finale, ce qui permet d'éliminer, avec une partie de l'huile de graissage intérieure, une certaine quantité d'eau due à l'humidité de l'air ambiant.

Ils aspirent dans un endroit abrité au travers de filtres à choc destinés à recueillir les poussières de l'atmosphère qui, jouant le rôle d'abrasif, useraient anormalement les segments et les chemises des cylindres.

La pression de refoulement de ces compresseurs est de l'ordre de 7 et 9 kg/cm². Celle-ci est réglée à la valeur voulue par un pressostat qui, par l'intermédiaire d'électro-valves, agit sur certains clapets d'aspiration. La pression est ainsi maintenue constante, quel que soit le débit demandé.

Les moteurs de commande de ces compresseurs sont normalement

UTILITES

du type synchrone, avec excitatrice séparée. En surexcitant cette dernière, il est facile de relever jusqu'à l'unité le facteur de puissance de l'artère électrique.

Les chemises et les réfrigérants intermédiaires et finaux sont refroidis à l'eau. Pour la réfrigération des appareils des centrales, on utilise en général de l'eau douce traitée en circuit fermé, refroidie par un réfrigérant à ruissellement avec air soufflé.

Plus la température de l'air à la sortie des réfrigérants sera basse, moins l'air contiendra d'eau en suspension.

Des réfrigérants, l'air est dirigé vers des ballons décanteurs particuliers sur lesquels sont piqués les départs vers les deux collecteurs généraux desservant la raffinerie en air comprimé. L'un est réservé spécialement aux instruments de contrôle, l'autre est utilisé pour les autres besoins. A signaler que pour le ramonage des chaudières, l'on dispose sur le ballon particulier à chaque compresseur, d'une prise spéciale étant donné la quantité importante d'air requise pour cette opération.

Le collecteur des instruments de contrôle est relié à un second décanteur où l'air abandonne encore une certaine partie d'eau et d'huile avant d'être introduit dans un préfiltre, puis dans un dessiccateur contenant de l'alumine activée qu'il faut régénérer souvent, mais cela s'effectue automatiquement à l'air sec.

Malgré toutes ces précautions, l'on trouve encore parfois un peu d'huile dans certains appareils de contrôle, aussi utilise-t-on également des compresseurs alternatifs dont les segments de piston sont en carbone et qui ne nécessitent aucun graissage intérieur. Certaines précautions sont à prendre pour le guidage des pistons et le rendement est moins bon que dans le cas des compresseurs classiques du fait du jeu relativement important que l'on est obligé de laisser aux segments.

Les compresseurs rotatifs, du type centrifuge à flux axial, sont peu utilisés en raffinerie du fait que leur rendement ne devient intéressant qu'à partir d'un certain débit qu'il est difficile d'atteindre dans ce genre d'usine. Ils ont pourtant le gros avantage de ne nécessiter aucun graissage intérieur.

Les hélico-compresseurs rotatifs ont un meilleur rendement que

UTILITES

les précédents, surtout pour les petites unités. Ils n'exigent aucun graissage intérieur et la vitesse élevée des rotors garantit un encombrement réduit et un poids faible. Ils sont constitués par deux rotors hélicoïdes logés dans une capacité cylindrique avec un jeu extrêmement faible. Lors de la rotation, la denture en saillie de l'un des rotors se loge dans la gorge de l'autre, qui est de forme conjuguée. Des engrenages maintiennent les rotors à une faible distance l'un de l'autre et l'usure est réduite au minimum du fait qu'il n'y a pas de contact entre les rotors, ni entre les rotors et leur cylindre.

Leur vitesse de rotation varie de 1 500 à 20 000 tours par minute pour des volumes aspirés de 3 à 500 m³ par minute.

G. - EVACUATION DES EAUX USEES - BASSIN DE DECANTATION

Les eaux usées à évacuer de la raffinerie peuvent être classées en deux catégories.

La première comprend les eaux dites "huileuses" qui ont été en contact avec les hydrocarbures. Ce sont essentiellement les eaux de lavage, les égouttures, les purges des réservoirs, des ballons, tours et récipients de fabrication, les eaux des condenseurs barométriques, du blow-down, de la torche, les eaux sales du laboratoire.

On y range également les eaux pluviales et celles provenant de la lutte contre l'incendie.

La seconde comprend les eaux dites "claires" qui sont les eaux de refroidissement des condenseurs tubulaires et réfrigérants et, en général, celles qui ne sont pas normalement en contact avec les hydrocarbures : eaux de pluie recueillies à l'extérieur des unités de raffinage, eaux vannes, etc.

L'obligation légale de ne rejeter dans les rivières ou dans la mer que de l'eau convenablement épurée, nécessite d'équiper la raffinerie avec des bassins de décantation dont le rôle est de récupérer les produits pétroliers des eaux huileuses et de pallier les conséquences d'une pollution, toujours possible, des eaux claires.

Les bassins de décantation comprennent toujours deux sections d'importance inégale :

Une série de bassins affectés aux eaux huileuses dont le temps

UTILITES

de séjour normal est de 2 heures environ, de façon à ne pas évacuer de l'eau polluée en cas de pluie importante ;
Une série de bassins affectés aux eaux propres dont le volume est tel que le temps de séjour soit de l'ordre de 40 minutes.

Le fonctionnement des bassins est satisfaisant lorsque la concentration des hydrocarbures dans l'eau, mesurée à partir d'échantillons prélevés dans le canal de sortie, est de l'ordre de 4 ppm.

Le calcul des dimensions des bassins de décantation est défini par l'A.P.I. dans son "Manual on disposal of refinery wastes", volume I. Il est basé sur l'étude mathématique de la décantation de globules liquides dispersés dans un milieu liquide de densité différente. La formule de Stokes, qui donne la vitesse ascensionnelle de globules sphériques, permet d'établir l'équation valable pour les hydrocarbures dans l'eau :

$$V_t = 0,0241 \frac{S_w - S_o}{\mu}$$

V_t Vitesse ascensionnelle en feet par minute

S_w Densité de l'eau des bassins à t°

S_o Densité de l'huile récupérée à t°

μ Viscosité en poises de l'eau des bassins à t° .

Pour des valeurs moyennes de S_w , S_o et μ , on a une vitesse voisine de :

$V_t = 0,34$ foot par minute, soit 0,104 mètre par minute environ.

Des essais sur de nombreux bassins en exploitation et sur des modèles ont montré que cette formule est valable pour des bassins rectangulaires satisfaisant aux relations suivantes :

- La vitesse horizontale de l'eau V_H doit être inférieure à 15 fois la vitesse ascensionnelle des hydrocarbures et en tout cas inférieure à 3 feet par minute. La section transversale du bassin A_c est donnée par le quotient Q_m/V_H où Q_m = débit d'eau par minute.
- La profondeur d'eau dans le bassin d doit être au minimum de 0,3 fois la largeur B .
- La section horizontale du bassin A_H est reliée à la vitesse ascensionnelle par l'équation :

$$A_H = F \frac{Q_m}{V_t}$$

UTILITES

où le facteur F est donné par le manuel A. P. I. en fonction du rapport des vitesses horizontale et ascensionnelle ; c'est un facteur de turbulence. Lorsque $F = 1$, cette équation traduit le fait qu'un globe se trouvant au fond du bassin, à l'entrée, est remonté à la surface, à la sortie. En effet :

$$V_t \times \frac{A_H \times d}{Q_m} = d$$

$\frac{V_H}{V_t}$	F
20	1,74
15	1,64
10	1,52
6	1,37
3	1,28

Exemple. - Soit à calculer les dimensions des bassins nécessaires pour effectuer la décantation des hydrocarbures dans 4 000 m³/h d'effluents.

Nous prendrons $V_H = 8$ $V_t = 2,72$ feet par minute, F est égal à 1,45 et la surface horizontale totale des bassins à :

$$A_H = 1,45 \frac{4\,000}{60 \times 0,104} = 930 \text{ m}^2$$

La section transversale est égale, d'autre part, à :

$$A_c = \frac{4\,000}{60 \times 0,104 \times 8} = 80 \text{ m}^2$$

Si l'on prend une profondeur d'eau de 2,5 m, il faut une largeur totale des bassins de 32 m.

La longueur L sera alors de $\frac{930}{32} = 29 \text{ m}$.

On adoptera finalement cinq bassins parallèles, de dimensions :

UTILITES

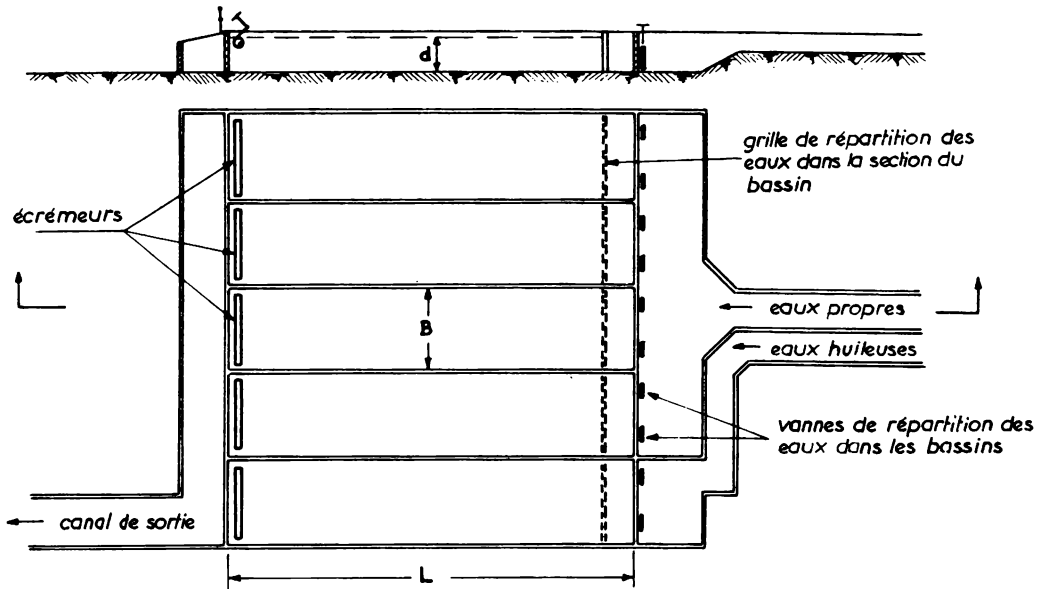
$$d = 2,5 \text{ m}$$

$$B = 6,5 \text{ m}$$

$$L = 30 \text{ m}$$

traitant chacun $800 \text{ m}^3/\text{h}$ d'effluents.

La figure 11 représente la coupe et la vue en plan d'un bassin de décantation.



ANNEXE II (1)

ÉTABLISSEMENT DU PROGRAMME DE FABRICATION DANS LES RAFFINERIES DE PÉTROLE

Il n'est pas nécessaire d'insister sur l'utilité, et même l'absolue nécessité, de l'établissement de programmes de fabrication aussi détaillés que possible pour les raffineries de pétrole. Ce qui s'appelle ici programme s'appelle ailleurs planning, et tous les industriels reconnaissent le caractère obligatoire de son établissement préalable en vue de l'utilisation cohérente des installations de fabrication, de leurs annexes et du personnel qui les conduit.

Il y a donc un ou plusieurs "ingénieurs-programmes" dans l'encadrement de chaque raffinerie. Certaines sociétés ont souvent même dans leurs services centraux des équipes spécialisées, fort bien pourvues en ingénieurs et techniciens qui étudient à longueur d'année d'autres programmations à long et moyen terme.

Le raffinage du pétrole a pour but comme chacun sait, de transformer le pétrole brut reçu à l'usine en carburants, combustibles, lubrifiants, etc. qui seront acheminés ensuite vers un réseau de distribution. Il appartient naturellement aux services commerciaux qui exploitent ce réseau d'établir leurs prévisions de vente de chacun des produits qui sont inscrits sur le "catalogue" de la société. Ces prévisions devront parvenir en temps voulu au raffineur chargé d'élaborer les produits en question. Elles seront quinquennales, annuelles, trimestrielles, mensuelles ou tout simplement décadaires si des circonstances inattendues sont venues modifier le programme mensuel remis quelques semaines auparavant.

Le raffineur ayant en mains, d'une part, les prévisions de vente ou d'expéditions de tous les produits qu'il peut élaborer à son usine dans un délai donné et, d'autre part :

(1) Ce chapitre a été écrit en collaboration avec MM. Nacib et Amand du département Raffinage de la S. F. BP.

- Les spécifications précises des produits à fournir,
- L'analyse des pétroles bruts disponibles, leurs prix respectifs et les limitations éventuelles du tonnage possible de chacun d'eux,
- Les possibilités techniques de toutes les installations de fabrication de l'usine et le prix de revient des opérations qu'on peut leur faire effectuer,
- Les caractéristiques des produits intermédiaires que donnent certaines unités de fabrication,
- La capacité de stockage en pétrole brut, produits intermédiaires et produits finis,

a désormais les renseignements nécessaires pour établir un programme de fabrication pour la période considérée.

ETABLISSEMENT DU PROGRAMME DE FABRICATION

Etablir le programme de fabrication signifie que l'on indiquera :

1. Les quantités et qualités de pétrole brut à raffiner pendant la période considérée. - Il y a toujours plusieurs façons d'obtenir le quantum désiré de produits finis aux qualités demandées. Grâce en effet aux procédés de conversion qui permettent de transformer en essence soit des produits lourds, soit des gaz, le raffineur pourrait être tenté de réaliser tout son programme à partir d'un seul pétrole brut. Mais outre qu'il n'est pas toujours possible de se procurer en quantité suffisante un pétrole brut dont la qualité convienne pour toutes les fabrications que l'on envisage, il est généralement avantageux d'associer certaines fabrications à des matières premières particulièrement appropriées. Il y en a dont la composition est tout à fait favorable à la fabrication des huiles lubrifiantes, d'autres fournissent des bitumes de haute qualité, etc.

L'ingénieur-programme devra donc déterminer, parmi les pétroles bruts disponibles pour la raffinerie, quels sont les plus convenables pour assurer ses fabrications.

2. L'activité de chacune des unités de fabrication de la raffinerie pour le traitement des pétroles bruts retenus et de leurs dérivés. Nous entendons par là que l'ingénieur-programme devra déterminer non seulement les tonnages des différents bruts et des dérivés qui alimenteront ces unités dans un temps donné, mais aussi le degré de séparation ou de conversion qu'elles devront réaliser.

Il sera amené à choisir la méthode de raffinage la plus avantageuse parmi celles qui conduisent à une production déterminée. Faut-il réformer davantage de produits légers ou augmenter un peu l'activité du cracking de distillats lourds pour obtenir les essences aux indices d'octane prévus ? Faut-il augmenter la sévérité du reforming ou plutôt obtenir les tonnes-octane dont on a besoin en passant plus de matière première à travers le reforming fonctionnant à une moindre sévérité ? En dehors de la connaissance parfaite du rendement des installations sous divers régimes, il devra connaître aussi les prix de revient de toutes ces diverses opérations.

3. Les mélanges à faire des divers coupes fournies par les opérations de raffinage, en vue de la constitution de produits marchands répondant aux spécifications très précises du "catalogue".

Méthode traditionnelle

Jusqu'à ces toutes dernières années, l'ingénieur-programme devait faire ses calculs à l'aide des seules machines à calculer de bureau et lorsqu'il avait terminé son travail, il lui fallait le recommencer une ou deux fois en suivant des voies un peu différentes. La comparaison financière de ces différents programmes lui indiquait celui qu'il devait choisir.

L'expérience de l'ingénieur jouait un grand rôle dans l'efficacité de ce travail qui pouvait être très long. Elle lui dictait en effet toutes les simplifications que pouvait lui inspirer le travail analogue qu'il avait fait plusieurs fois au cours de l'année précédente. Les pétroles bruts étaient souvent les mêmes et les produits finis n'étaient quelquefois pas si différents en quantité et en qualité d'une année sur l'autre. C'est ce qui explique pourquoi, malgré le manque de moyens, l'ingénieur s'arrangeait pour remettre toujours à l'heure ses programmes annuels, trimestriels, mensuels, etc., mais il ne pouvait pas être bien sûr d'avoir élaboré le meilleur programme possible.

Programmation linéaire

Le développement récent des ordinateurs électroniques a rendu possible l'utilisation d'une méthode mathématique qui permet d'obtenir mécaniquement et très vite le programme optimal à partir de données que l'on introduit dans la machine.

PROGRAMMATION LINEAIRE

Cette méthode mathématique a reçu le nom de Programmation linéaire parce qu'elle ne met en œuvre que des équations, inéquations et fonctions du premier degré. Les ordinateurs actuels ne peuvent d'ailleurs pas résoudre les problèmes de degré supérieur.

Une première étude consistera donc dans l'examen de l'expression mathématique possible de toutes les opérations de fabrication et des contraintes qu'on se donnera pour respecter des spécifications de produits, des limites de capacité, etc.. On constatera que certaines d'entre elles devraient s'exprimer par des équations renfermant des variables de degré supérieur ou même des exponentielles. Mais il sera heureusement presque toujours possible d'admettre que dans un intervalle de fonctionnement suffisamment petit, les équations qui lient entre elles les différentes variables sont linéaires.

C'est le cas par exemple du reforming catalytique dont les rendements en reformats, leurs indices d'octane ne varient pas linéairement en fonction de la sévérité de reforming. On tournera la difficulté en considérant, s'il en est besoin, que nous disposons de plusieurs unités de reforming travaillant à des degrés de sévérité divers. Dans ces conditions, chacune d'elles fournira une essence à indice d'octane déterminé avec un rendement particulier. Les variables seront les quantités alimentées et la résolution du système d'équations indiquera la quantité de naphta à prévoir pour l'alimentation de chacun de nos reforming fictifs.

La mise en équation de l'action du plomb tétraéthyle poserait un problème semblable si on ne prenait pas de précautions spéciales. En effet, le gain d'octane d'une essence ne varie pas du tout linéairement avec la proportion de ce dope dans l'essence. Cependant, si l'on prend des intervalles d'addition suffisamment petits, 0 à 0,3 cm³/l par exemple, on pourra considérer que dans ce cas la relation octane-plomb est linéaire.

Supposons que nous ayons mis notre problème sous forme de p équations linéaires à n inconnues ($p < n$) et que nous ayons écrit une fonction de profit F qui est aussi une fonction linéaire des n inconnues ci-dessus. On sait qu'il existe une infinité de solutions à ce système qui possède $n - p$ degrés de liberté.

PROGRAMMATION LINEAIRE

On démontre en mathématiques que, parmi ces solutions, il y en a une qui rend maximale la fonction F . (1).

La méthode de résolution utilisée dans la programmation linéaire permet de trouver pour les n variables, p valeurs positives et $n - p$ valeurs nulles qui satisfont à la fois les p équations et rendent maximale la fonction F . Elle permet également d'obtenir les variations de la fonction F et des p inconnues non nulles, lorsqu'on donne à une des $n - p$ inconnues nulles de la solution optimale une petite valeur positive.

Construction d'un modèle linéaire représentant le programme de raffinage

Schéma programme

Nous allons prendre un exemple très abrégé d'un tel modèle en admettant que notre raffinerie :

Pourra traiter 2 pétroles bruts A et B dont elle a le choix ;

Comporte trois unités de fabrication seulement ;

Met 4 produits à la disposition des services de vente.

La première unité de fabrication est un topping équipé pour produire les coupes suivantes dont le pourcentage n'est pas le même suivant qu'il s'agit des pétroles bruts A ou B.

Gaz

Gasoline C_4 - 100°

Naphta 100° - 190° pouvant aller soit : vers le reforming catalytique,
vers le carburant auto,
vers le gas-oil.

Gas-oil léger 190° - 300° allant vers le gas-oil

Gas-oil lourd 300° - 360° allant soit vers le gas-oil, soit vers fuel-oil.

Résidu distillant au-delà de 360° et allant vers le fuel-oil ou servant de combustible à l'intérieur de la raffinerie.

La deuxième unité est un adoucisement au $CuCl_2$ de la gasoline et du naphta.

(1) On trouve une démonstration de ce théorème due à R. Dorfman dans l'ouvrage de M. J. Lesourne "Technique économique et gestion industrielle", Dunod, éditeur.

PROGRAMMATION LINEAIRE

La troisième unité de fabrication est un reforming catalytique travaillant à une sévérité donnée d'avance. Il permet d'obtenir à partir de 100 tonnes de naphta, 85 tonnes d'essence dont l'indice d'octane clair est 85 et 15 tonnes de gaz.

Les 4 produits finis qu'elle met à la disposition du service des ventes sont :

- Du gaz : il s'agit en fait de gaz liquéfiables, butane et propane, mais pour simplifier, nous laisserons tous les gaz liquéfiables ou non dans un seul bloc,
- Du carburant auto dont le N.O.R. est donné,
- Du gas-oil dont le point de congélation et le point d'éclair sont donnés,
- Du fuel-oil dont la viscosité maximale est donnée.

Les quantités de gaz, d'essence et de fuel-oil à fabriquer sont fixées strictement par les possibilités de vente des services commerciaux sur le marché intérieur. Par contre, pour le gas-oil, nous avons admis qu'en plus des ventes que les services commerciaux de la Société pourraient faire sur le marché intérieur, il existe des possibilités d'exportation jusqu'à 300 000 tonnes. Le programme de principe a été transcrit sous forme de schéma sur la page 216. Il tient compte des éléments de départ que nous venons d'indiquer et nous y avons représenté dans de petits cercles les inconnues (x_2) , (x_3) (x_{17}) (1), dont nous voulons déterminer les valeurs respectives par la résolution numérique du système d'équations que nous allons construire.

Matrice - (sortir tableau de la fin du chapitre)

Pour faire commodément cette construction, nous allons établir une matrice où figureront toutes les données du problème.

Elle comprend 17 colonnes.

La première est réservée aux conditions commerciales et contraintes imposées à nos produits. S'il n'y a pas d'échanges de produits avec l'extérieur, c'est-à-dire s'il n'y a pas d'entrée ou de sortie de produit dans ou de la raffinerie, on fera figurer le chiffre 0 dans la

(1) L'indice 1 a été omis car nous avons voulu réserver la 1ère colonne de la matrice dont nous allons parler tout à l'heure aux données commerciales et contraintes diverses auxquelles sont soumis nos produits.

ligne correspondante. D'autre part, pour éviter les erreurs de signe au cours de l'utilisation ultérieure des données dans l'ordinateur électronique, toutes les inéquations dont les données sont inscrites à la partie inférieure de la matrice, sont présentées dans le même sens. Elles sont toutes ici négatives, mais nous serons amenés quelquefois à les retourner dans les explications que nous allons donner afin de rendre notre exposé plus facile à comprendre.

Chacune des 16 autres colonnes est affectée à une inconnue ($x_2, x_3 \dots x_{17}$).

Elle comprend d'autre part 21 lignes qui contiennent chacune les données des équations et inéquations de notre système.

Il y a d'abord :

a) Des équations de bilan

Ce sont les équations 1 à 10.

- L'équation 1 exprimera que les quantités de gaz produites par le topping et le reforming catalytique sont égales aux quantités qui sont prélevées comme combustible usine et pour la vente. On y ajoute aussi la quantité brûlée à la torche.

Les chiffres de 2 %, 1 % et 15 % inscrits dans les colonnes 1, 2 et 5 résultent de nos expériences passées.

- L'équation 2 montrera que la quantité de gasoline directe produite par le topping des 2 bruts est égale à celle qui est envoyée au carburant auto. 6 % et 8 % sont les pourcentages respectifs de gasoline qui existent dans les bruts A et B qui seront obtenus à la sortie de notre topping.

- L'équation 3 indique l'égalité entre la production du naphta et l'utilisation dans 3 voies possibles.

.....

.....

- L'équation 7, qui donnera le bilan du carburant auto, fait état de ce que celui-ci est composé de gasoline, de naphta et de reformat, ce dernier représentant 85 % de l'alimentation du platforming. Le tonnage de carburant auto résultant du mélange de ces 3 produits est exactement de 350 000 tonnes suivant les prévisions commerciales.

PROGRAMMATION LINEAIRE

- L'équation 8 fera état de ce que le tonnage total de gas-oil fabriqué est égal à celui que nous vendrons sur le marché intérieur (500 000 tonnes), augmenté du tonnage que nous vendrons à l'exportation et qui est pour le moment inconnu.

- L'équation 9 est le bilan des fuel-oils. Elle indiquera que le tonnage de fuel-oil fabriqué et vendu (900 000 tonnes) proviendra du mélange des gas-oils lourds avec les résidus de topping de nos pétroles bruts.

- L'équation 10 indiquera que les combustibles-usine, qui sont le résidu et le gaz, sont consommés pour chauffer le topping et le reforming sous réserve d'une mise de côté de 25 000 tonnes de gaz pour la vente.

Nous connaissons par expérience ces consommations exprimées en pour-cent de fuel-oil du tonnage alimenté dans l'unité. C'est ici 2,4 % pour l'opération de topping du brut A, 2,8 % pour celle du brut B et 10 % pour le reforming du naphta. Comme une partie de notre combustible usine est du gaz dont le pouvoir calorifique est supérieur de 25 % à celui du fuel-oil, nous affecterons le tonnage de gaz du coefficient 1,25.

Les 25 000 tonnes de gaz vendues seront mises dans la première colonne puisqu'il s'agit d'un tonnage sorti de l'usine.

b) Des inéquations correspondant aux spécifications imposées aux produits

L'indice d'octane imposé pour le carburant auto et qui fait l'objet de la ligne 11 est 88 Research.

La présentation des données sur cette ligne indique donc que la différence entre 88 et l'octane du mélange constituant le carburant est ≤ 0 . Il est plus facile de donner des explications claires si nous considérons pour un instant que nous avons écrit :

$$\text{Indice d'octane du mélange carburant} - 88 \geq 0.$$

La différence entre l'octane de chacun des constituants et 88 est de :

$$\begin{aligned} 65 - 88 &= - 23 \text{ pour les gasolines directes} \\ 55 - 88 &= - 33 \text{ pour les naphtas} \\ (86 - 88) 0,85 &= - 1,7 \text{ pour les reformats.} \end{aligned}$$

PROGRAMMATION LINEAIRE

Nous avons admis que les produits correspondants dans les 2 pétroles bruts A et B avaient le même octane. D'autre part, nous avons tenu compte de ce que les reformats ne représentaient que 85 % de l'alimentation x_6 du reforming catalytique.

On compense ce manque d'octane (puisque toutes nos différences sont négatives jusqu'ici) par 2 éthylations. La première tient compte de ce que 1 m³ de PbEt₄ remonte l'octane de 1000 tonnes d'essence de 20 points, car son pourcentage est inférieur ou égal à 0,3 cm³ par litre d'essence. Dans la deuxième éthylation, 1 m³ de PbEt₄ ne remonte plus l'octane de 1000 tonnes d'essence que de 8 points car son pourcentage est compris entre 0,3 et 0,5 cm³/l d'essence. Si nous changeons les signes pour être dans le sens indiqué sur la matrice, on voit que notre équation sera :

$$23 x_4 + 33 x_5 + 1,7 x_6 - 20 x_{15} - 8 x_{16} \leq 0$$

L'inflammabilité des gas-oils dont il est question à la ligne 12 doit être supérieure à 70°C.

Nous procédons comme tout à l'heure avec chacun des constituants.

La différence entre l'inflammabilité des constituants et 70 est :

$$\begin{aligned} 30 - 70 &= -40 \text{ pour les naphtas } x_7 \\ 80 - 70 &= 10 \text{ pour les gas-oils légers } x_8 \\ 100 - 70 &= 30 \text{ pour les gas-oils lourds } x_9 \end{aligned}$$

Nous reportons ces chiffres après les avoir changés de signe dans la matrice puisque nous retranchons de 70 nos inflammabilités et que notre somme doit être ≤ 0 .

Pour le point de congélation des gas-oils à - 10° maximum, on a de même comme différence avec le point de congélation des constituants :

$$\begin{aligned} -40 + 10 &= -30 \text{ pour les naphtas } x_7 \\ -18 + 10 &= -8 \text{ pour les gas-oils légers } x_8 \\ 5 + 10 &= 15 \text{ pour les gas-oils lourds } x_9. \end{aligned}$$

Nous transférons les chiffres avec leurs signes cette fois, car la différence avec le point de congélation de - 10 doit bien être ≤ 0 .

PROGRAMMATION LINEAIRE

- La ligne 14 tient compte de ce que la viscosité à 50°C des fuel-oils doit être inférieure à 40° E. Nous abandonnons pour le calcul l'échelle Engler et nous construisons une table de viscosité dont le 0 correspond à 40° Engler. L'échelle des nombres exprime une fonction linéaire de la viscosité. Le 0 étant ainsi choisi, tous les produits moins visqueux que le fuel-oil auront leur viscosité exprimée par un nombre négatif.

c) Des inéquations exprimant les limites de capacité des unités de fabrication

- L'équation 15 indiquera que notre unité de topping a la même capacité (2 500 000 t/an) de distillation, quel que soit le pétrole brut A ou B.

- L'équation 16 limitera à 300 000 t/an la capacité du reforming catalytique.

d) Des inéquations représentant des contraintes commerciales

Le fournisseur de brut A ne peut pas nous en vendre plus de 1 500 000 t/an (équation 17).

La quantité de gas-oil exportée se trouve limitée à 300 000 t/an par suite d'accords internationaux par exemple (équation 18).

e) Des inéquations indiquant les limites de validité de certains calculs

Nous avons vu page 214 que nous pouvions faire entrer l'action du plomb tétraéthyle dans nos calculs pourvu qu'on prenne des intervalles d'éthylation assez étroits.

Le premier intervalle correspond à 0,3 ‰ de PbEt₄ et nous écrivons que la quantité de plomb x_{15} correspondant à cet intervalle est au plus égale à 0,3 ‰ du volume total d'essences produites (celles-ci ont une densité à 15°C de 0,720) :

$$x_{15} \leq \frac{x_4 + x_5 + 0,85 x_6}{0,720} \times 0,3$$

ce qui devient :

PROGRAMMATION LINEAIRE

$$0 \geq -x_4 - x_5 - 0,85 x_6 + 2,4 x_{15}$$

On obtient de même avec x_{16} :

$$0 \geq -x_4 - x_5 - 0,85 x_6 + 3,6 x_{16}$$

Il suffit de reporter les coefficients dans la matrice.

f) La dernière ligne du tableau est la fonction économique

Cette fonction, aux charges et revenus constants près, représente le compte d'exploitation de la raffinerie.

Ce compte comprend aux dépenses :

Les achats de pétrole brut ;

Les frais de raffinage correspondant à chaque opération ;

et aux recettes :

Le produit de la vente des produits finis.

Comme les gaz, le carburant auto et le fuel-oil ont des tonnages constants fixés à l'avance, nous ne les entrons pas dans notre fonction économique. Ils n'y entreraient que comme constantes et seraient par conséquent sans influence sur la détermination du maximum de cette fonction.

Nous avons considéré également qu'une fois fixé l'effectif du personnel nécessaire pour assurer la production d'un tonnage de produits finis d'une certaine façon, il n'y aura pas de modifications apportées à cet effectif par les altérations que l'on pourrait être amené à faire aux méthodes de fabrication. De sorte que nous n'introduisons rien au sujet des frais de personnel dans la fonction de profit.

Par contre, le profit provenant des tonnages variables de gas-oil qui pourront être vendus à l'exportation, est inclus dans notre fonction économique.

Les dépenses de combustible sont implicitement comptabilisées dans le bilan matières représenté par l'équation 10, de sorte que nous n'en tenons pas compte dans les frais de fabrication. Ces derniers sont ici de :

PROGRAMMATION LINEAIRE

1 000 NF par 1 000 tonnes pour l'adoucissement au CuCl_2 de la gasoline et du naphtha,

5 000 NF par 1 000 tonnes pour l'opération de reforming catalytique.

Les autres nombres que nous avons à introduire sont les coûts respectifs des pétroles bruts, du plomb tétraéthyle et le prix de vente du gas-oil. Le prix des pétroles bruts indiqué comprend également le coût de leur distillation.

Les signes dont nous avons affecté les nombres de cette ligne à la demande des opérateurs de l'ordinateur font que la fonction ici n'est pas de profit, mais de coût. Elle sera donc à minimiser.

Tableau des équations

L'établissement des 10 premières équations n'offre aucune difficulté, il suffira d'associer à chacune des inconnues les coefficients qui figurent dans les colonnes correspondantes. C'est ainsi que nous écrirons :

1. $0 = 0,02 x_2 + 0,01 x_3 + 0,15 x_6 - x_{13} - x_{14}$
2. $0 = 0,06 x_2 + 0,07 x_3 - x_4$
3. $0 = 0,10 x_2 + 0,17 x_3 - x_5 - x_6 - x_7$
4. $0 = 0,20 x_2 + 0,28 x_3 - x_8$
5. $0 = 0,05 x_2 + 0,07 x_3 - x_9 - x_{10}$
6. $0 = 0,57 x_1 + 0,40 x_2 - x_{11} - x_{12}$
7. $350 = x_4 + x_5 + 0,85 x_6$
8. $500 = x_7 + x_8 + x_9 - x_{17}$
9. $900 = x_{10} + x_{11}$
10. $25 = -0,024 x_2 - 0,028 x_3 - 0,1 x_6 + x_{12} + 1,25 x_{13}$

A partir de la 11^e, nous ajoutons au second membre une variable auxiliaire, dite variable d'écart, pour transformer les inégalités en égalités.

Il est bien évident que :

$$0 \geq 23 x_4 + 33 x_5 + 1,7 x_6 - 20 x_{15} - 8 x_{16}$$

PROGRAMMATION LINEAIRE

est équivalente à :

$$11. 0 = y_{11} + 23 x_4 + 33 x_5 + 1,7 x_6 - 20 x_{15} - 8 x_{16}$$

y_{11} étant positif ou nul.

En continuant de la même façon pour la 12^e et les suivantes :

$$12. 0 = y_{12} + 40 x_7 - 10 x_8 - 30 x_9$$

$$13. 0 = y_{13} - 30 x_7 - 8 x_8 + 15 x_9$$

$$14. 0 = y_{14} - 12 x_{10} + 0,5 x_{11}$$

$$15. 2500 = y_{15} + x_2 + x_3$$

$$16. 300 = y_{16} + x_6$$

$$17. 1500 = y_{17} + x_2$$

$$18. 300 = y_{18} + x_{17}$$

$$19. 0 = y_{19} - x_4 - x_5 - 0,85 x_6 + 2,4 x_{15}$$

$$20. 0 = y_{20} - x_4 - x_5 - 0,85 x_6 + 3,6 x_{16}$$

La fonction économique à minimiser sera :

$$F = 80 x_2 + 100 x_3 + x_4 + x_5 + 5 x_6 + 9 x_{15} + 9 x_{16} - 145 x_{17}$$

Notre système linéaire comprend maintenant : 20 équations à 16 inconnues + 10 variables d'écart, autrement dit 20 équations à 26 inconnues et une fonction linéaire de coût F à minimiser.

Un système d'équations tel que ci-dessus, et plus généralement un système de p équations à n inconnues ($p < n$) comporte une infinité de solutions. Nous appellerons solutions "de base" du système toutes les solutions pour lesquelles $n - p$ au moins des inconnues, c'est-à-dire 6 au moins dans notre cas, sont nulles.

Nous rappelons le théorème de Dorfman, dont nous avons parlé tout à l'heure et qui énonce qu'il existe au moins une solution de base qui rend maximale la fonction F de profit (ou minimale la fonction de coût).

Il est donc possible de déterminer cette solution qui correspond au programme optimal en essayant successivement toutes les solutions

de base, c'est-à-dire toutes les solutions qui correspondront ici à l'annulation de 6 variables. On résoudra à chaque fois le système de 20 équations à 20 inconnues non nulles a priori et on transportera la valeur trouvée pour ces inconnues dans la fonction F.

La solution de base qui correspond à la plus petite valeur de F (fonction de coût) est celle qui nous intéresse.

Avant d'entreprendre ce travail, nous pourrions remarquer que le nombre de combinaisons différentes de 6 variables (à annuler) qu'il est possible de former avec 26 variables est :

$$C_{26}^6 = \frac{26!}{6!20!} = 230230$$

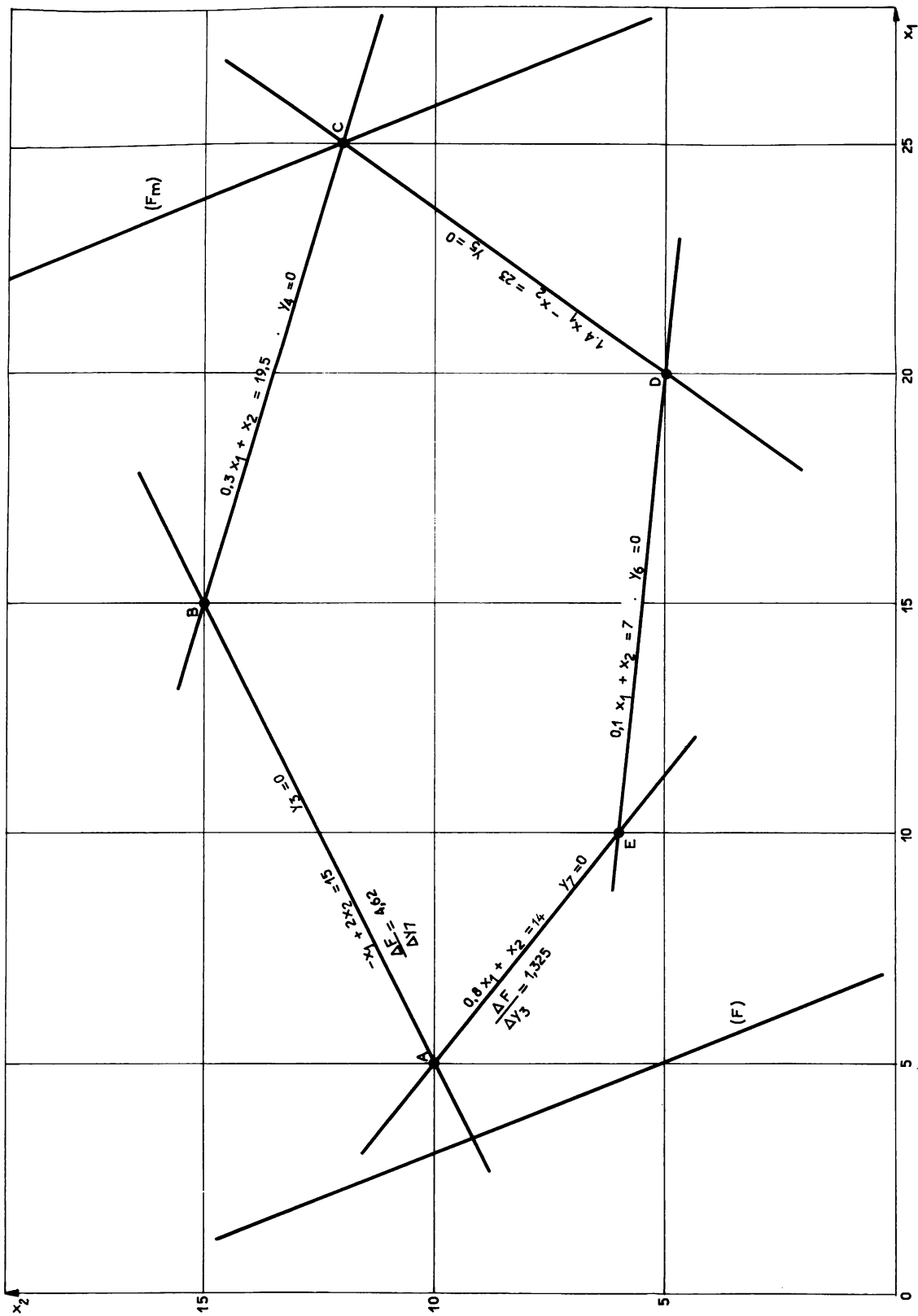
ce qui veut dire que nous serions obligés de faire 230230 résolutions pour être bien sûr de connaître le programme optimal. Encore ne s'agit-il là que d'un schéma de raffinage ultra simple (2 pétroles bruts, 3 unités de fabrication, 4 produits finis). Un schéma usuel pour une raffinerie topping-cracking peut comporter 80 à 200 équations et 100 à 250 inconnues et plus de 300 si on fait des huiles lubrifiantes. Il faudrait un temps extrêmement long, même avec un gros ordinateur électronique, pour mener à bien le nombre énorme de résolutions nécessaires, s'il n'était pas possible de trouver un chemin plus court.

Méthode Simplex (cf. figure page 226)

Il existe heureusement un moyen dit "Méthode Simplex" (*) qui permet de réduire considérablement le nombre de résolutions. Essentiellement, il s'agit d'une méthode d'itération qui, à partir d'une solution de base (1) à laquelle correspond une valeur F_1 de la fonction de profit, permet de calculer une autre solution de base (2) à laquelle correspond à coup sûr une valeur de la fonction de profit $F_2 > F_1$ et ainsi de proche en proche jusqu'à la valeur maximale de la fonction de profit.

Il n'est pas question de faire ici un exposé complet de la méthode Simplex, mais nous allons donner une idée de son application en étudiant un cas très simple susceptible d'une représentation géométrique plane.

(*) Cette méthode est due surtout aux travaux du mathématicien américain G. B. Dantzig, qui ont été publiés vers 1951.



METHODE SIMPLEX . représentation géométrique .

PROGRAMMATION LINEAIRE

Représentation géométrique de la méthode Simplex

Abandonnons pour un instant notre schéma de raffinerie et supposons que nous avons à résoudre le système suivant :

$$\begin{array}{ll}
 -x_1 + 2x_2 \leq 15 & \text{ou} \quad -x_1 + 2x_2 + y_3 = 15 \\
 0,3x_1 + x_2 \leq 19,5 & \text{ou} \quad 0,3x_1 + x_2 + y_4 = 19,5 \\
 1,4x_1 - x_2 \leq 23 & \text{ou} \quad 1,4x_1 - x_2 + y_5 = 23 \\
 0,1x_1 + x_2 \geq 7 & \text{ou} \quad 0,1x_1 + x_2 - y_6 = 7 \\
 0,8x_1 + x_2 \geq 14 & \text{ou} \quad 0,8x_1 + x_2 - y_7 = 14
 \end{array}$$

Système de 5 équations à 7 inconnues (2 degrés de liberté) avec :

$$F = 5x_1 + 2x_2$$

fonction à rendre maximale. Dans ce système, tous les y sont ≥ 0 .

Si nous représentons en coordonnées cartésiennes (x_1, x_2) les droites d'équations :

$$\begin{array}{l}
 -x_1 + 2x_2 = 15 \quad A \ B \\
 0,3x_1 + x_2 = 19,5 \text{ etc } \dots B \ C
 \end{array}$$

qui correspondent à une valeur nulle de chacune des variables d'écart, nous formons avec ces 5 droites un pentagone tel que toutes les valeurs des inconnues qui résoudront le système sont à l'intérieur ou sur les bords de ce pentagone.

Les solutions "de base", c'est-à-dire celles qui correspondent à l'annulation de $7 - 5 = 2$ variables a priori, correspondent aux angles de ce pentagone.

D'un autre côté, la fonction $F = 5x_1 + 2x_2$ représente une famille de droites toutes parallèles entre elles. L'une quelconque de ces droites correspond à une valeur déterminée de la fonction de profit, d'autant plus grande que sa distance au point d'origine est plus grande.

Le théorème fondamental exprime que, quelle soit la pente de la

PROGRAMMATION LINEAIRE

famille de droites (F), un au moins des angles du polygone correspond à la solution optimale et cela est évident sur notre figure. Dans notre cas particulier, la solution optimale est évidemment représentée par le point C ($y_4 = 0 - y_5 = 0$).

Supposons que nous ayons calculé une solution de base, par exemple le point A ($y_3 = 0 - y_7 = 0$). Partant de ce point, il est possible de déduire une autre solution de base en se déplaçant soit le long de A B ($y_3 = 0 - y_7 \neq 0$), soit le long de A E ($y_7 = 0 - y_3 \neq 0$) et cela jusqu'à ce qu'une nouvelle variable d'écart s'annule. Pour de tels déplacements Δy_7 ou Δy_3 , il est aisé de calculer les variations correspondantes des autres variables et de la fonction économique.

	Point A	Déplacement selon A B	Déplacement selon A E
x_1	5	$5 + 0,77 \Delta y_7$	$5 + 0,385 \Delta y_3$
x_2	10	$10 + 0,385 \Delta y_7$	$10 - 0,300 \Delta y_3$
y_3	0	0	Δy_3
y_4	8	$8 - 0,616 \Delta y_7$	$8 + 0,185 \Delta y_3$
y_5	26	$26 - 0,690 \Delta y_7$	$26 - 0,840 \Delta y_3$
y_6	3,5	$3,5 + 0,462 \Delta y_7$	$3,5 - 0,262 \Delta y_3$
y_7	0	Δy_7	0
F	45	$45 + 4,62 \Delta y_7$	$45 + 1,325 \Delta y_3$

Dans la méthode Simplex on compare les coefficients de Δy_7 et Δy_3 dans la fonction F (ici 4,62 et 1,325) et on choisit de se déplacer dans la direction qui correspond au plus grand coefficient positif (ici selon A B). On voit immédiatement que ce déplacement est possible jusqu'à $\Delta y_7 = 8/0,616$ qui annule y_4 (point B).

De proche en proche on arrivera à la solution optimale par un cheminement qui, s'il n'est pas obligatoirement le plus court, représente une simplification considérable par rapport à la méthode générale. En effet, si dans notre exemple à 2 degrés de liberté, nous

n'avions le choix qu'entre deux directions à chaque angle, pour un système à 20 degrés de liberté, l'ordinateur aurait le choix entre 20 directions à chaque angle et en choisirait une seule, réduisant ainsi énormément le nombre des solutions à calculer. D'autre part, les solutions ne sont pas calculées indépendamment mais déduites simplement les unes des autres.

Utilisation de l'ordinateur

Dans la presque totalité des cas, la programmation linéaire ne peut être envisagée que si l'on a la possibilité de faire faire les calculs par un ordinateur électronique.

Il n'entre pas dans le cadre de ce cours de donner beaucoup de détails sur le fonctionnement des ordinateurs. Il faut savoir simplement que, dans leur principe, ces appareils sont des instruments très grossiers, capables seulement de faire des choix par oui ou non (correspondant à l'ouverture ou à la fermeture de circuits électriques). Leur compréhension est limitée aux nombres binaires et leurs aptitudes mathématiques à l'addition. Cependant, en raison de la vitesse extraordinaire à laquelle ils sont capables d'effectuer ces opérations élémentaires, vitesse qui atteint 10 000 additions par seconde pour les plus gros ordinateurs, ils peuvent réduire des années de calcul manuel à quelques heures ou quelques minutes.

L'obtention d'une solution correcte est évidemment subordonnée à l'introduction de données correctes et d'instructions précises sur les opérations à effectuer (programme de calcul).

La suite des opérations à effectuer pour utiliser un certain type d'ordinateur est la suivante :

1. Etablir la matrice représentative du problème (environ 80 lignes x 100 colonnes pour le programme de fabrication d'une petite raffinerie topping-cracking).
2. Transférer les données de la matrice sur des feuilles qui permettront l'établissement de cartes perforées par des spécialistes (1 feuille par ligne).
3. Etablir les cartes perforées (1 par nombre). Environ 600 cartes sont nécessaires et peuvent être perforées par un opérateur en 2 heures.
4. Introduire les cartes dans l'ordinateur. Introduire également l'ensemble des cartes routinières correspondant aux instructions nécessaires pour l'application de la méthode Simplex.

PROGRAMMATION LINEAIRE

Avec un ordinateur de type moyen, chaque itération demande environ 2 minutes et quelque 150 itérations peuvent être nécessaires pour atteindre la meilleure solution qui est ainsi obtenue en quelques heures. Avec des machines très importantes, la solution pourrait être prête en quelques minutes.

5. L'ordinateur perfore les cartes correspondant aux résultats obtenus (100 cartes à la minute et environ 2 000 cartes pour une solution complète).
6. Les cartes sont introduites dans un tabulateur qui convertit l'information ainsi obtenue sous forme d'une matrice-solution. Cette opération demande environ 25 minutes par exemplaire.

Résultats du calcul

Le système d'équations linéaires représentant notre programme a été résolu par un ordinateur et la solution optimale compatible avec la machine utilisée a été obtenue après itérations conduites par la méthode Simplex.

Voici les valeurs des inconnues qui rendent maximale la fonction de profit :

x_2	= Tonnage de brut A	766 163 t
x_3	= Tonnage de brut B	1 113 782 t
x_4	= Gasoline vers carburant	123 934 t
x_5	= Naphta vers carburant	0 → t
x_6	= Naphtas vers reforming catalytique	265 959 t
x_7	= Naphtas vers gas-oil	0 → t
x_8	= Gas-oils légers vers gas-oil ..	465 092 t
x_9	= Gas-oils lourds vers gas-oil ..	80 273 t
x_{10}	= Gas-oils lourds vers fuel-oil ..	36 000 t
x_{11}	= Résidu vers fuels	864 000 t
x_{12}	= Résidu vers combustibles	18 226 t
x_{13}	= Gaz vers combustibles	66 355 t

PROGRAMMATION LINEAIRE

x_{14}	= Gaz brûlé à la torche	0	t
x_{15}	= Ethyl 1	145 833 l)	0,398 cm ³ /l
x_{16}	= Ethyl 2	48 245 l)	d'essence
x_{17}	= Gas-oil exporté	45 364 t	

L'ordinateur a donné également la valeur des variables d'écart qui nous permettent de préciser par avance certaines caractéristiques de produits. C'est ainsi qu'on trouve :

Inflammabilité du gas-oil 82,95 °C
Point de congélation du gas-oil - 14,61 °C.

Application de la programmation linéaire

Nous avons pu bâtir le programme qui donne le meilleur rendement financier. Il aurait été tout aussi commode d'orienter notre programme de manière à obtenir le maximum de production de gas-oil ou d'essence, tout en conservant à tous les autres produits des caractéristiques qui les maintiennent à l'intérieur des spécifications.

On pourrait également désirer savoir comment varie la fonction économique à partir de la solution optimale quand on donne des valeurs déterminées aux variables qui se trouvaient nulles pour cette solution optimale. Dans celle que nous avons trouvée tout à l'heure, la variable x_5 : naphta vers carburant, est trouvée nulle. Si nous avons des raisons de transférer un millier de tonnes de naphta vers le carburant auto, il sera facile de savoir la valeur que prend la fonction économique et les modifications que ce transfert apportera au programme de fabrication en supposant que toutes les autres données restent les mêmes.

Pratiquement, cela revient à faire entrer x_5 dans nos calculs avec une valeur unité positive. On sera ainsi amené à changer tous les signes dans la colonne 5 et l'ordinateur indiquera rapidement que cela nous conduit à traiter 1 184 milliers de tonnes supplémentaires de brut A et de supprimer 1 500 milliers de tonnes de brut B. La quantité d'éthyl utilisée sera augmentée de 3,786 m³ (0,016) et le coût de l'opération sera de 7,298 milliers de nouveaux francs. On verra également quelle est la limite possible de cette opération qui est évidemment peu avantageuse, mais dont nous avons voulu voir les conséquences.

PROGRAMMATION LINEAIRE

On peut rechercher aussi par exemple les conséquences de l'absorption par la raffinerie d'une tonne de gasoline venant de l'extérieur, soit par importation, soit simplement par retour de produit hors de spécification.

Il peut être intéressant de voir ce qu'il en coûtera au total pour augmenter l'indice d'octane du carburant auto de 1 point. Ceci revient à introduire une variable d'écart positive dans l'équation 11. On vérifie ainsi que la méthode la plus économique n'est pas de réformer davantage, mais d'éthyliser un peu plus.

La solution optimale correspond à l'éthylation maximale des essences. Avec cette méthode, il est facile de se rendre compte en quelques minutes de l'incidence d'une diminution du taux d'éthylation qui pourrait être demandée à l'usine pour satisfaire un client particulier.

On peut aussi étudier les déformations de la solution optimale sous l'effet des variations du prix des pétroles bruts ou des prix de revient d'opérations qui sont justement les coefficients de la fonction économique. Les résultats sont quelquefois assez inattendus et toujours instructifs.

Tout cela se fait très rapidement avec l'ordinateur, car changer un coefficient revient en effet à modifier une seule carte perforée.

REPRESENTATION LINEAIRE DU PROGRAMME D'UNE RAFFINERIE

Annexe II

			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
			(en 1 000 tonnes)	BRUT A	BRUT B	Gasoline directe vers carburant auto	Naphta vers carburant auto	Naphta vers reforming catalytique	Naphta vers gas-oils	Gas-oil léger vers gas-oils	Gas-oil lourd vers gas-oils	Gas-oil lourd vers fuels	Résidu vers fuels	Résidu vers com- bustibles usine	Gaz vers com- bustibles usine	Gaz brûlé à la torche	Ethyl 1 (*)	Ethyl 2 (**)	Gas-oil exporté
Bilans matières	1	Gaz	0 =	0,02	0,01			0,15							-1	-1			
	2	Gasoline directe	0 =	0,06	0,07	-1													
	3	Naphta	0 =	0,10	0,17		-1	-1	-1										
	4	Gas-oil léger	0 =	0,20	0,28					-1									
	5	Gas-oil lourd	0 =	0,05	0,07						-1	-1							
	6	Résidu	0 =	0,57	0,40								-1	-1					
	7	Bilan carburant auto	350 =			1	1	0,85											
	8	Bilan gas-oils	500 =						1	1	1								-1
	9	Bilan fuels	900 =									1	1						
	10	Bilan combustibles usine	25 =	-0,024	-0,028			-0,1						1	1,25				
Contraintes dues aux spécifications imposées	11	Indice d'octane du carburant	0 ≥			23	33	1,7									-20	-8	
	12	Inflammabilité des gas-oils	0 ≥						40	-10	-30								
	13	Point de congélation des gas-oils	0 ≥						-30	-8	+15								
	14	Viscosité du fuel	0 ≥									-12	0,5						
Limitations appor- tées par les unités	15	Capacité des toppings	2 500 ≥	1	1														
	16	Capacité du reforming catalytique	300 ≥					1											
Limitations appor- tées par les marchés	17	Disponibilité en brut	1 500 ≥	1															
	18	Limitation des exportations de gaz	300 ≥																1
	19	Définition de l'intervalle d'éthylation	0 ≥			-1	-1	-0,85									2,4		
	20	Définition de l'intervalle d'éthylation	0 ≥			-1	-1	-0,85										3,6	
	21	Fonction économique (1000 NF)		80	100	1	1	5									9	9	-145

(*) Ethyl utilisé (en m³) pour un taux d'éthylation ≤ 0,3

(**) Ethyl utilisé (en m³) pour un taux d'éthylation compris entre 0,3 et 0,5

ANNEXE III

ORGANISATION DE L'ENCADREMENT DANS L'INDUSTRIE DU RAFFINAGE DE PÉTROLE

Les barrières douanières qui protègent l'industrie sont de moins en moins hautes et la compétition internationale devient de plus en plus sévère. Toutes les grandes industries et celle du pétrole autant que toute autre sont sûres maintenant de trouver sur leur chemin des concurrents qui peuvent bénéficier à plus bas prix qu'elles des matières premières, de l'énergie ou de la main-d'œuvre.

Il importe donc que l'organisation intérieure de nos grandes sociétés, et notamment celle de leur encadrement, soit très étudiée pour être aussi efficace que possible.

Nous allons vous exposer un certain type d'organisation et vous donner en même temps une vue d'ensemble sur le travail des ingénieurs, en soulignant un peu les rapports qui existent entre l'activité de chacun d'eux et celle de ses collègues dans le travail d'équipe qui résulte de cette organisation. Cela vous intéressera sûrement car le modèle que nous vous présentons paraît pouvoir s'appliquer à un bon nombre d'industries.

Il existe, bien entendu, d'autres types d'organisation possibles. Dans tous les cas, un chef avisé prendra toujours soin, avant de mettre en place l'organigramme qui lui paraît le plus efficace, de s'assurer que les chefs de Département et de service ont bien les aptitudes qui conviennent à la tranche de technique qui leur est impartie. Il pourra même dévier avantageusement de l'organisation considérée comme idéale pour mieux tirer parti des capacités particulières et des connaissances approfondies dans un certain domaine de tel ou tel chef de service.

Les organigrammes de raffineries américaines comportant le

UTILISATION DES INGENIEURS

même matériel sont parfois assez différents et cela montre indéniablement qu'on ne se refuse pas là-bas à assouplir quelque peu les règles habituelles pour tenir compte de la qualité des principaux cadres en place.

Toute société industrielle confie ses usines à des services d'exploitation qui sont chargés de mener à bon terme les fabrications envisagées. Ils veillent à ce que celles-ci soient de la meilleure qualité possible, qu'elles soient obtenues avec un prix de revient avantageux et dans de bonnes conditions de travail pour le personnel et pour le matériel.

S'il s'agit d'une industrie en expansion, et c'est bien le cas de presque toutes celles qui touchent à l'automobile ou à l'aviation, elle dispose aussi de services de construction chargés de l'agrandissement ou de la modification des ateliers de fabrication. Ce sont naturellement ces services qui assumeront la direction des études de construction lors de la réalisation de nouvelles usines.

Enfin si l'affaire est importante, elle doit avoir des services de recherches et de développement où des ingénieurs, des physiciens et chimistes, entièrement dégagés des responsabilités de fabrication ou de construction, étudient à tête reposée les moyens à mettre en œuvre pour faire progresser la technique et, accessoirement, surmonter les difficultés qui peuvent apparaître au cours des fabrications.

INGENIEURS DE CONSTRUCTION

Qu'il s'agisse d'une raffinerie complète ou d'une simple unité de raffinage, il y a toujours à la tête de l'organisation chargée de la construction un homme qui en est responsable. Il a le titre de directeur ou d'ingénieur en chef. Nous utiliserons cette dernière appellation et nous allons supposer dans les pages qui vont suivre qu'on lui a confié le soin de construire une raffinerie de pétrole en lui donnant les éléments suivants :

- Caractéristiques et tonnages des produits finis à fabriquer,
- Types de pétrole brut avec lesquels on alimentera probablement la raffinerie,
- Emplacement de celle-ci,
- Budget à ne pas dépasser, en principe.

Dans les sociétés d'une certaine importance, l'ingénieur en chef

UTILISATION DES INGENIEURS

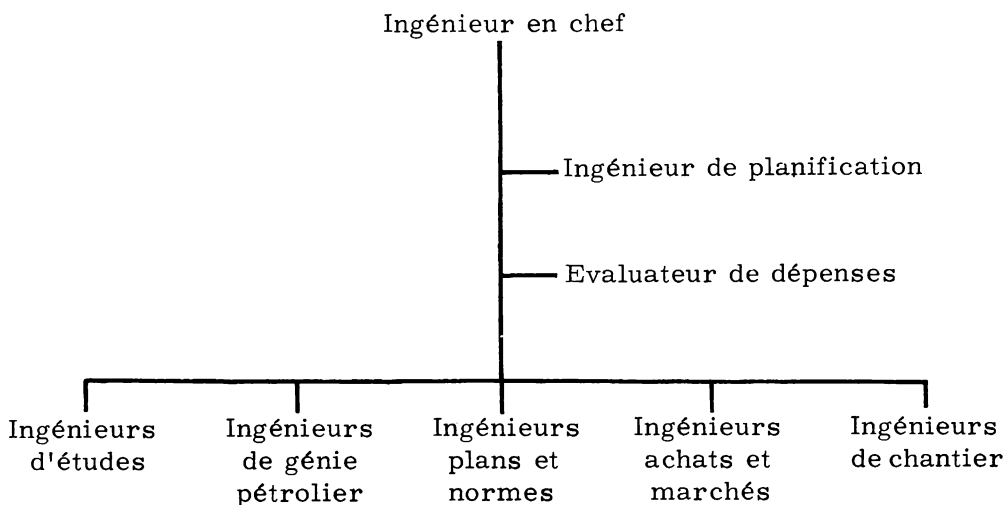
et les services de construction sont attachés au siège social. Ils s'occupent de toutes les raffineries du groupe.

Ingénieur en chef

Il décide d'abord, en s'appuyant sur les avis de services techniques compétents (voir page 240), quels seront les procédés de fabrication en usage dans la raffinerie et la capacité de traitement des diverses unités de raffinage. Il demande ensuite à ces services d'établir les éléments de base qui permettront aux ingénieurs d'études de constituer leurs dossiers de construction des installations.

Il fixe les axes de construction sur le terrain et, dans ses grandes lignes, l'implantation des installations de raffinage, des stockages, des salles de pompes et réseaux de tuyauteries de liaison de produits, des laboratoires, des centrales de production d'énergie et des réseaux de distribution d'utilités (eau, vapeur, électricité, air comprimé). Il indique également où devront être construites les annexes : bureaux, magasins, garages, cités, etc.

Après avoir pris ces décisions essentielles, il lui reste à coordonner le travail des équipes d'ingénieurs spécialisés qui étudieront le projet sur toutes ses faces et le conduiront à bonne fin.



Ingénieurs d'études et de génie pétrolier

Aux U.S.A., ce sont ceux qui sont chargés du "process engineering". Ils calculent tous les éléments des installations à construire et en établissent un plan schématique sur lequel on trouvera les caractéristiques et fonctions précises de toutes les parties d'appareillage (fours, tours, ballons, vannes, pompes, liaisons, appareils de contrôle, ...). Les pressions et températures seront indiquées dans toutes les sections où circulent des fluides, ainsi que la capacité de transfert des pompes.

A ce schéma seront joints un bilan-matière des produits entrant et sortant de l'unité et un bilan calorifique.

Il y a des ingénieurs d'étude pour les installations de fabrication proprement dites, d'autres pour les réservoirs avec leurs liaisons et les salles de pompes, d'autres pour les ateliers d'entretien, etc. Leur travail à tous se traduira par des schémas et des notes techniques qui permettront aux équipes d'ingénieurs de génie pétrolier et à leurs collègues ingénieurs électriciens et mécaniciens (centrales et réseaux d'utilités), ingénieurs de génie civil (infrastructure de l'usine, routes, ponts, bâtiments), d'aller plus avant dans la réalisation du projet de construction.

Ces ingénieurs de génie pétrolier et leurs collègues sont en quelque sorte les architectes des installations de la raffinerie.

Ils établissent des spécifications détaillées à partir desquelles on établira les plans d'exécution de tous les éléments qui constitueront l'usine.

Dans les grands bureaux américains d'engineering qui ont souvent beaucoup d'études en train en même temps, la spécialisation des ingénieurs de génie pétrolier va extrêmement loin. Certains d'entre eux ne s'occupent à longueur d'année que de fours tubulaires, d'autres s'intéressent seulement aux tours de fractionnement, et ce sont d'autres spécialistes encore qui étudient la réalisation des échangeurs de température ou la nature et l'emplacement adéquats des instruments de mesure ou de contrôle automatique qu'il faut insérer, au nombre de plusieurs centaines quelquefois, dans les circuits d'une grande unité de fabrication moderne.

L'étude des grandes installations (cracking et reforming catalytiques,

UTILISATION DES INGENIEURS

gros toppings, etc.) dépasse généralement la capacité des organisations de construction des sociétés de raffinage, aussi bien aux U.S.A. qu'en France ou ailleurs. On est donc amené à faire appel à d'importantes sociétés d'engineering spécialisées et nos propres bureaux n'assument, en général, que l'étude d'installations de raffinage de moindres dimensions ou moins compliquées et, souvent, de tout le reste de l'usine (vapeur, électricité, liaisons, stockages, ateliers de réparations, etc...).

Nos ingénieurs de génie pétrolier, moins nombreux que ceux des sociétés d'engineering, ne peuvent pas se spécialiser aussi étroitement que nous l'avons vu plus haut et ils ont, en fait, à s'occuper de parties d'installations très diverses, mais cela n'exige pas d'eux des connaissances absolument encyclopédiques. L'ingénieur en chef peut généralement faire en sorte que chacun de ses subordonnés n'ait qu'un nombre limité de types de problèmes à résoudre.

Ingénieurs des plans et normes

Le travail de ces ingénieurs est intimement lié à celui des précédents.

Réunis dans un grand local avec les dessinateurs d'étude et les projeteurs, sous l'autorité du chef du bureau de dessin, ils établissent ou font établir, à partir des spécifications reçues des ingénieurs précédents, tous les plans nécessaires à la construction des installations, bâtiments et aménagements qui leur sont demandés.

Une unité de raffinage moyenne nécessite le dessin de 600 à 700 plans et une grande, le double. Au fur et à mesure de leur exécution, les plans doivent être approuvés par le chef du bureau de dessin et l'ingénieur de génie pétrolier intéressé, avant d'être soumis à l'ingénieur en chef.

Ces plans sont utilisés pour l'établissement des nomenclatures de matériel destinées aux services d'achat. Ils sont joints aux consultations et commandes aux constructeurs, et servent ensuite aux entreprises de montage.

Une petite section du bureau de dessin est généralement affectée à la normalisation du matériel. Il est absolument indispensable, en effet, de veiller à ce que la plupart des éléments d'installation de la

UTILISATION DES INGENIEURS

raffinerie soient normalisés car cela simplifie l'approvisionnement du matériel et diminue sensiblement l'importance des stocks de pièces de rechange. Il existe déjà d'ailleurs quelques normes AFNOR pour ce matériel.

Ingénieurs d'achats et de marchés

Le service achats et marchés doit comprendre, en même temps que des employés acheteurs et "relanceurs", un certain nombre d'ingénieurs très au courant du matériel employé dans les raffineries ; ce sont ces ingénieurs, en effet, qui consultent et choisissent les fournisseurs qualifiés pour l'élaboration des éléments de construction nécessaires. Ils ont à discuter avec ces industriels de tous les détails du matériel proposé et du choix des matériaux.

Certains d'entre eux dénommés "ingénieurs-inspecteurs" vont réceptionner le matériel en usine dès que le constructeur indique qu'il est prêt à le livrer. Ils s'assurent alors, par des mesures et des essais précis, que la fourniture répond exactement aux cahiers des charges imposés dans les commandes. Pour réceptionner certains matériels simples cependant, on pourra se contenter d'envoyer de bons techniciens non ingénieurs.

Enfin, ce sont généralement des ingénieurs du service achats et marchés qui, sous l'autorité de l'ingénieur en chef, discutent et passent les contrats de travaux et de montage du matériel, ce qui nécessite une bonne expérience de ces questions.

Ingénieurs de chantier

Avant que le matériel ne soit expédié à la raffinerie par les constructeurs, on aura réalisé les aménagements nécessaires au terrain sur lequel doivent être érigées les installations. Les fondations et massifs de support en béton armé auront été mis en place par des entreprises de travaux publics suivant les plans qui leur auront été donnés. Les routes d'accès auront été construites, etc.

Tout ce travail préparatoire aura été surveillé par les ingénieurs de chantier.

Ce sont également ces ingénieurs qui superviseront ensuite

UTILISATION DES INGENIEURS

le montage de tous les éléments qui constituent les installations de l'usine. Leur tâche n'est pas uniquement de contrôler que tout ce travail est effectué suivant les règles de l'art, mais elle est aussi de coordonner dans le temps les travaux de toutes les entreprises qui contribuent successivement ou simultanément à la construction de l'ensemble (charpente, chaudronnerie, mécanique, électricité, appareils de contrôle, calorifuge, etc.).

Ingénieurs adjoints

L'ingénieur en chef, tout en animant le travail des services précédents, reste en liaison avec deux de ses collaborateurs très proches qui sont :

- L'ingénieur de planification,
- L'évaluateur de dépenses.

L'ingénieur de planification établit des diagrammes précisant :

- Les temps nécessaires pour les études, les appels d'offres auprès des fournisseurs, la livraison du matériel et le montage. Il attire ainsi l'attention sur les matériels les plus longs à livrer et dont les commandes doivent par conséquent être passées les premières. Il souligne également la chronologie obligatoire de certaines opérations. La connaissance de ces détails est en effet nécessaire pour que les délais de construction soient respectés, car c'est l'arrivée entemps voulu pour leur utilisation successive sur le chantier des différents éléments des installations qui permet de bien imbriquer les uns dans les autres les nombreux corps de métier qui ont à intervenir pour le montage des unités.
- La quantité de personnel à rassembler : cadres, agents de maîtrise et ouvriers et le temps pendant lequel ces gens seront occupés pour réaliser chacune des phases du travail (études, achats, montage) dans le délai convenable.

Une planification bien faite et bien suivie est indispensable dans les industries qui, comme celle du raffinage du pétrole, mettent en jeu des tonnages considérables de matières premières de provenance lointaine. Elle permet en effet de déterminer avec précision et suffisamment longtemps à l'avance la date à laquelle les fabrications pourront être mises en route et celle qui conviendra par conséquent pour l'année à pied d'œuvre du pétrole brut.

UTILISATION DES INGENIEURS

L'arrivage au port de centaines de milliers de tonnes par mois doit être organisé longtemps à l'avance et il est hors de question qu'on puisse faire attendre pendant plusieurs semaines, sans les décharger, des navires dont le coût d'exploitation dépasse pour chacun vingt mille nouveaux francs par jour. Il n'est pas davantage possible de ne pas mettre à la disposition des services commerciaux, dans les délais prévus, les tonnages de produits qu'ils se seront eux-mêmes engagés à livrer aux industriels ou aux pompistes installés le long des routes.

On verra bien également l'importance du travail de l'évaluateur de dépenses quand on saura que la construction d'une raffinerie de moyenne grandeur et simple (2 millions de tonnes par an et pas de fabrication de lubrifiants) coûte de 150 à 200 millions de nouveaux francs.

Cet évaluateur sera en général un ingénieur expérimenté disposant d'une documentation précise et parfaitement tenue à jour sur le coût des matériels et des travaux. Les premiers éléments d'appréciation qu'il recevra des services d'études seront la plupart du temps des plans schématiques ou de simples croquis accompagnés d'indications sommaires. Il ne doit, lui, rien oublier dans ses devis qui doivent d'ailleurs être établis dans le plus court délai car les services financiers n'aiment pas les sous-évaluations et ont besoin d'être renseignés très tôt pour mettre sur pied leur plan de financement.

La raffinerie est maintenant construite et c'est au tour des ingénieurs d'exploitation d'intervenir. En réalité, avant et pendant les études de construction, l'ingénieur en chef fait toujours appel à leur compétence.

C'est en effet aux ingénieurs de fabrication et de développement dont nous exposerons le travail dans les pages suivantes, qu'il demande un avis sur les types d'unités de raffinage à construire et lorsque son choix est fixé, il les prie de définir avec précision le détail des opérations qui seront demandées à chacune d'elles, suivant la matière première dont on disposera pour les alimenter. Ces ingénieurs ont donc à établir les dossiers de base qui seront remis aux ingénieurs d'études.

Un autre ingénieur d'exploitation souvent consulté, aussi bien par les ingénieurs d'études que par ceux du génie pétrolier ou les acheteurs de matériel, c'est l'ingénieur de sécurité. Son expérience lui fera donner des avis fort pertinents qui viendront heureusement

UTILISATION DES INGENIEURS

compléter le gros livre des "règles générales de construction" propre à chaque société et qui ne quitte guère la table de chacun des ingénieurs attelés au projet.

Voyons maintenant quel est le rôle normal des ingénieurs d'exploitation dans une raffinerie en marche.

INGENIEURS D'EXPLOITATION

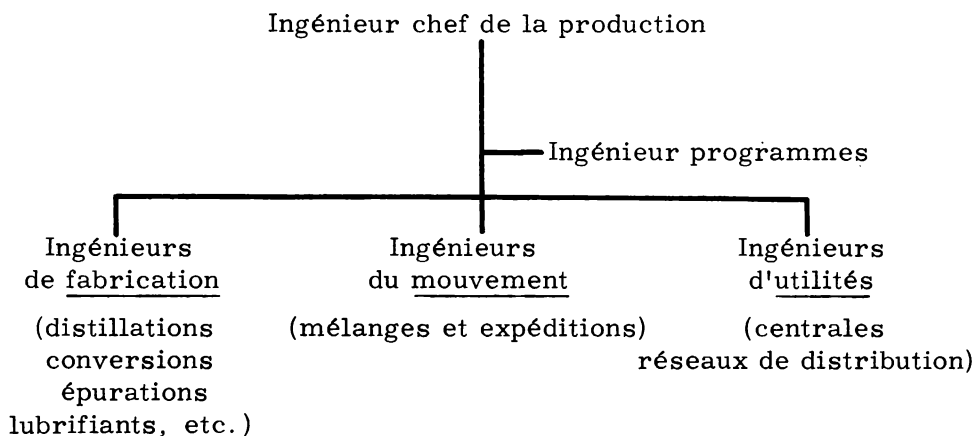
La répartition des ingénieurs d'exploitation en différents services diffère un peu d'un pays à l'autre. Elle varie même suivant les raffineries d'une même pays car les dirigeants des sociétés ou des usines ont toujours des idées personnelles sur la meilleure forme à donner à leur organisation du travail.

On peut cependant constater que dans les usines dont la capacité annuelle est de 2 à 3 millions de tonnes, ce qui est justement le fait des raffineries françaises, les services techniques sont toujours au nombre de 4 ou 5 dont 3 au moins sont des services d'exploitation. On y trouve par exemple pour ces derniers les subdivisions suivantes :

Production (fabrication des produits pétroliers, mélanges et expéditions de ces produits, centrales d'utilités)

Laboratoires de contrôle (essais standard, essais spéciaux)

Matériel (entretien, inspection, sécurité).



Ingénieurs de production

L'ingénieur, chef de la production, est généralement assisté d'un "ingénieur programmes" qui établit tout d'abord, pour l'année, un plan général des activités de fabrication et corrélativement celui des centrales d'utilités. Ce plan est basé sur des renseignements fournis par le siège social, précisant dans le temps, les tonnages des différentes qualités de produits finis qu'espèrent vendre les services commerciaux et indiquant, d'autre part, les pétroles bruts qu'il sera possible de se procurer dans certaines limites de quantité.

Ce programme annuel doit généralement prévoir des périodes d'arrêt des unités de fabrication pour inspection et entretien. L'ingénieur programmes les fixera en tenant compte à la fois des nécessités de production et des exigences des services d'inspection et d'entretien.

A la fin de chaque mois, il explicitera le plan général par un autre plan plus détaillé, mais ne portant cette fois que sur le mois suivant. Le programme mensuel repose sur des données beaucoup plus précises dans le temps que l'autre et on ne lui apporte généralement en cours de mois, que de très légères modifications pour tenir compte des changements signalés par les services commerciaux à leurs récentes demandes ou d'incidents imprévus qui obligent certaines unités à stopper pendant quelque temps.

L'ingénieur-programmes est aussi chargé de suivre la bonne exécution de son plan mensuel au fil des jours et d'attirer, éventuellement, l'attention des ingénieurs de fabrication sur la production insuffisante de certaines de leurs unités.

Il apparaît bien que le rôle de cet ingénieur devient de plus en plus important au fur et à mesure que se perfectionnent les machines calculatrices dont il peut disposer, ainsi que les méthodes mathématiques permettant leur emploi. Nous avons d'ailleurs vu à l'annexe II les premiers éléments de programmation linéaire dont il se sert déjà. Le côté scientifique de ces questions est très étudié, à la fois par les ingénieurs de raffinerie et par les mathématiciens des universités et il n'est pas douteux que les progrès des méthodes n'aillent de pair avec ceux des ordinateurs ou des machines électroniques à simuler les opérations, dont il existe déjà un bon nombre de modèles excellents sur le marché.

UTILISATION DES INGENIEURS

Le bon travail préliminaire de cet ingénieur-programmes facilite beaucoup la tâche du chef de production chargé de coordonner le travail de ses services qui sont, généralement, au nombre de trois : fabrications, mélanges et expéditions, utilités.

Au service de fabrication des produits pétroliers, les ingénieurs sont responsables du bon fonctionnement des unités de raffinage où s'élaborent les produits pétroliers. Ceux-ci doivent satisfaire aux spécifications imposées, être obtenus au meilleur prix de revient et dans des conditions de sécurité complète pour le personnel et pour le matériel. Les opérations effectuées s'appellent ici : distillation, cracking, reforming, extraction par solvant, traitement chimique, etc., et la matière première qu'elles transforment est, soit le pétrole brut, soit un produit intermédiaire provenant d'une opération de raffinage précédente.

Aidés de leurs agents de maîtrise et de leurs équipes d'opérateurs, les ingénieurs de fabrication ont à contrôler l'alimentation régulière de leurs unités, à ajuster les conditions de marche suivant les résultats à obtenir et à transférer les produits semi-raffinés ou raffinés vers les réservoirs qui leur sont affectés. L'efficacité de leur travail leur est indiquée par de fréquentes analyses qu'effectuent les laboratoires de contrôle et par les indications des compteurs de consommation de combustible, de vapeur, d'électricité, etc.

Au cours des trente dernières années, on a augmenté considérablement cette efficacité par la généralisation des cycles continus beaucoup plus faciles à régler que les discontinus et par la mise en circuit d'une quantité considérable d'appareils de contrôle d'une grande précision. Il est banal de voir conduire aujourd'hui par 2 ou 3 ouvriers seulement, sous la conduite d'un opérateur, une installation fort compliquée, aux énormes débits et qui s'étend sur 150 mètres de long. Tous les éléments de contrôle en sont en effet réunis dans une salle centrale tapissée de cadrans et d'enregistreurs. Les ouvriers n'ont pratiquement qu'à surveiller les indications données par les appareils de contrôle automatique, mais il va sans dire que les éléments de cette automaticité sont fixés à l'avance par l'ingénieur de fabrication suivant les caractéristiques de la matière première à raffiner et des produits à réaliser.

Lorsque les coupes sortant des unités de raffinage auront été coulées en réservoirs, il restera à les mélanger en proportions convenables pour constituer des produits marchands. C'est ainsi, par exemple,

UTILISATION DES INGENIEURS

que les essences obtenues séparément par distillation, cracking et reforming sont mélangées en proportions différentes pour obtenir, soit le carburant auto, soit le supercarburant, etc. Ces opérations sont effectuées suivant les ordres donnés par les cadres du service mélanges et expéditions avec le concours du laboratoire de contrôle dont l'importance est primordiale dans cette phase de travail. Les produits amenés ainsi aux spécifications commerciales seront ensuite pompés dans les navires, péniches, wagons et camions citernes, qui les emmèneront vers la clientèle ou le plus souvent vers un dépôt de distribution.

Les ingénieurs mécaniciens et électriciens responsables de la production et de la distribution des utilités, c'est-à-dire de la vapeur, de l'électricité, de l'eau sous pression, de l'air comprimé, disposent de centrales équipées de chaudières, de turbo-alternateurs, éventuellement de turbines à gaz ou de moteurs Diesel, de grosses pompes à eau et de compresseurs d'air. Des réseaux de distribution couvrant toute l'usine alimentent les installations en vapeur haute et basse pression, en électricité sous 3 voltages usuels, en eau douce, en eau de mer, air comprimé. Nous avons d'ailleurs exposé à l'annexe I les diverses techniques qui font l'objet des soins de ces ingénieurs.

Ingénieurs des laboratoires de contrôle

Les ingénieurs chimistes et physiciens des laboratoires de contrôle voient passer entre leurs mains et celles de leurs collaborateurs tous les produits pétroliers manipulés dans l'usine, qu'ils soient bruts, intermédiaires ou finis. Leurs laboratoires comportent toujours un bon nombre de sections spécialisées où s'effectuent à longueur de journée des essais, la plupart du temps standardisés, tant en matière d'appareillage que pour le mode opératoire utilisé.

Chaque produit pétrolier doit en effet être contrôlé pour sa densité, son inflammabilité, sa teneur en soufre, etc. Les essences sont soumises à des essais au moteur, les huiles lubrifiantes à des mesures de viscosité et de stabilité. Les solvants sont repérés par leurs limites de distillation, etc.

Grâce à la standardisation très absolue dont nous venons de parler, il est possible de faire exécuter la plus grande partie des essais courants, mais très précis, par des aides chimistes n'ayant reçu

UTILISATION DES INGENIEURS

qu'une modeste instruction générale, mais bien informés sur le matériel d'essai et sur la façon de s'en servir. Les ingénieurs physiciens ou chimistes se réservent généralement la manipulation des appareils plus délicats tels que spectromètres, polarographes, rayons X, chromatographes, etc. qui ne sont plus employés exclusivement comme autrefois par les laboratoires de recherches, mais servent souvent à des opérations de contrôle. Ils s'occupent également de la surveillance des opérations effectuées par les aides-chimistes et de leur instruction dans un service qui doit fournir, en définitive, des résultats très sûrs aux moindres frais.

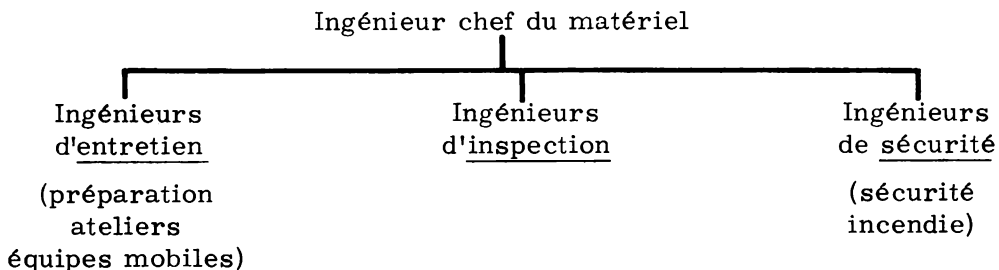
Notons qu'aucun produit pétrolier ne peut être expédié sur un dépôt de stockage ou sur la clientèle sans que le laboratoire n'ait constaté qu'il est bien conforme aux spécifications très précises qui correspondent à son appellation. Dans la négative, le produit est remis à la disposition des services de fabrication.

Le rejet ou l'acceptation des produits se fait naturellement sous la responsabilité du chef de laboratoire de contrôle qui veille, bien entendu, avec ses ingénieurs à la bonne exécution des opérations effectuées dans son laboratoire.

Ingénieurs du matériel

Les installations de toute l'usine doivent être maintenues en bon état de marche permanent et s'il se produit un accident matériel, des moyens puissants doivent être aussitôt mis en œuvre pour la réparation rapide de l'unité intéressée. Il en est de même lors de tout commencement d'incendie qui doit être aussitôt maîtrisé.

Ce sont là les tâches de l'ingénieur en chef qui dirige les services d'entretien, d'inspection du matériel et de sécurité.



UTILISATION DES INGENIEURS

Les raffineries de pétrole sont des usines "à feu continu", autrement dit leurs installations de production sont en marche d'une façon permanente de jour comme de nuit. Si certaines parties du matériel sont défailtantes, les opérateurs demandent une intervention immédiate des ingénieurs du service d'entretien, qui disposent à cet effet, d'une part d'ateliers de réparation bien équipés en machines outils et en main d'œuvre qualifiée, d'autre part, d'équipes mobiles d'entretien prêtes à prendre en mains, à tout instant, la réparation sur place des unités en avarie.

On s'efforce d'ailleurs, dans toute la mesure du possible, de réduire le nombre et l'importance des interventions d'urgence qui pourraient être demandées, par un entretien préventif très soigné des installations. Ce "gros entretien" est effectué à l'occasion des grands arrêts qui ont lieu tous les ans ou tous les 18 mois pour permettre l'inspection générale de ces installations.

Ces arrêts sont préparés de longue date justement par les ingénieurs d'entretien qui commencent par établir une liste des travaux à faire sur l'unité quand elle sera à leur disposition. Les pièces de rechange sont approvisionnées d'avance, le bureau de dessin aura fait toutes les études de modifications destinées à améliorer le fonctionnement de l'unité. On prévoit le rassemblement des équipes d'entretien qui pourront être constituées par du personnel appartenant à l'usine ou loué à des entreprises extérieures. Il faudra, d'autre part, l'encadrer et répartir les tâches entre les équipes. Tout ce travail de préparation est remis par écrit aux intéressés. Grâce à cette précaution, les opérations d'entretien pourront commencer sans retard et être menées à une cadence accélérée. Il suffira, en cours de travail, d'apporter éventuellement une légère modification au programme déjà décidé, pour tenir compte des remarques du service Inspection du matériel qui contrôle l'état de l'installation pendant cette période d'arrêt.

Le service inspection du matériel comprend un certain nombre d'ingénieurs, d'agents de maîtrise et d'aides qui doivent avoir, à des degrés divers, une grande expérience du comportement du matériel au feu, sous pression ou en présence de vapeurs ou de liquides corrosifs, etc.

Lors de l'arrêt d'installation, ils examinent avec le plus grand soin toutes les parties d'appareillage qui peuvent être sujettes à usure ou vieillissement. C'est une véritable "auscultation" du matériel

UTILISATION DES INGENIEURS

qu'effectuent à ce moment là les ingénieurs avec leurs équipes d'inspection, et lorsque les parties à examiner nécessitent des mesures d'épaisseur de métal, on met en jeu tout un arsenal d'appareils de contrôle utilisant les ultra-sons ou les courants de Foucault dont la précision est considérable. Ajoutons que grâce à ces appareils "non destructifs", il n'est plus jamais nécessaire de faire un trou dans un récipient ou un tuyau pour apprécier l'épaisseur exacte de sa paroi, alors que cela était la règle habituelle il y a moins de 20 ans.

Les services d'inspection ont un fichier de mensurations pour chaque élément d'installation susceptible de s'user par érosion, corrosion ou simplement vieillissement et ils le mettent rigoureusement à jour après chaque nouvelle inspection des unités.

Grâce à cette bonne organisation et au travail consciencieux des équipes d'inspecteurs, il est devenu extrêmement rare dans les raffineries de pétrole d'être obligé d'interrompre la marche des unités pour une réparation en dehors des périodes très espacées de gros entretien que nous avons indiquées ci-dessus.

L'ingénieur du service sécurité exerce ses fonctions dans plusieurs domaines.

Avec son équipe de surveillants, il contrôle la bonne connaissance et, éventuellement, l'exécution des consignes de sécurité qu'il a prescrites aux exploitants de l'usine. Ces consignes visent à prévenir les accidents au personnel, au matériel et l'incendie. Certaines opérations ne peuvent s'effectuer dans l'usine en marche que très exceptionnellement et avec son autorisation écrite. D'autres même nécessitent la mise en place préalable de moyens de défense contre l'incendie et une surveillance spéciale. Aucune mise en route d'installation importante, par exemple, ne peut être faite sans son accord.

En cas d'accident ou de sinistre, il met immédiatement en œuvre les moyens de secours qui sont à la disposition de l'usine : infirmières, ambulances et postes de secours pour les accidents, pompiers et matériel d'extinction pour les incendies. Il doit savoir que l'efficacité d'intervention de tous ces moyens dépend avant tout de la promptitude avec laquelle ils sont mis en œuvre, aussi veille-t-il soigneusement à la bonne organisation de ses équipes, à leur entraînement permanent et au maintien en parfait état de son matériel de secours.

INGENIEURS DE RECHERCHES ET DE DEVELOPPEMENT

Les sociétés de raffinage qui ont le désir et les moyens de faire progresser elles-mêmes leur industrie, et nous pensons qu'en France c'est le cas de la plupart d'entre elles, ont des laboratoires de recherche et un service développement.

S'il s'agit d'une société à ramifications internationales très importante, elle décidera même, en général, que ses laboratoires de recherche formeront une organisation indépendante des raffineries. Cet éloignement a l'avantage de donner aux chercheurs une tranquillité d'esprit qu'ils ne peuvent avoir tout à fait dans une usine. Il est bien certain que les services de fabrications et de développement des raffineries comptent toujours sur les laboratoires de recherches pour les aider à résoudre les petites et grandes difficultés journalières qui se présentent dans l'application des méthodes habituelles de raffinage. On peut donc craindre que les chercheurs, plus ou moins distraits par ces fréquentes demandes d'intervention, ne soient pas bien à même de concentrer suffisamment leur attention sur les recherches de longue haleine relatives à de nouveaux appareillages ou de nouveaux procédés. Ces grands laboratoires de recherches de sociétés internationales font d'ailleurs beaucoup de recherche fondamentale, assez éloignée par conséquent des opérations qu'on effectue en raffinerie.

La plupart des sociétés qui sont à l'échelle des nôtres en France, préfèrent accoler leurs laboratoires de recherches aux laboratoires de contrôle de leurs raffineries. Ce rapprochement permet aux laboratoires de recherches de bénéficier des utilités distribuées dans l'usine et il est possible aux ingénieurs chimistes de cette section de demander aux aides chimistes du contrôle, l'analyse de tous les produits intermédiaires et finis auxquels les conduisent leurs recherches. Cette organisation est incontestablement beaucoup plus économique en matériel et en hommes que la première et c'est la raison qui la fait adopter par les sociétés de moyenne importance. Il s'agit d'autre part, presque toujours, de recherches exclusivement appliquées.

Laboratoires de recherches

Les problèmes à soumettre aux chimistes et physiciens de recherches ne manquent pas dans l'industrie du raffinage de pétrole.

Il y a d'abord l'étude des procédés de traitement les plus adéquats

UTILISATION DES INGENIEURS

aux pétroles bruts que la société recevra dans l'année en cours. D'autre part, on admet toujours que les procédés employés dans l'usine sont perfectibles et peuvent être éventuellement remplacés par d'autres qui donneraient de meilleurs résultats. C'est pourquoi, à longueur d'année, les expérimentateurs se penchent sur des problèmes tels que les moyens d'augmenter l'indice d'octane des essences, la désulfuration des distillats, la stabilité des huiles lubrifiantes à la chaleur, l'adhésivité des bitumes aux agrégats, etc.

Une fois obtenus les résultats escomptés sur la table du laboratoire, on prendra quelquefois la décision, surtout s'il s'agit d'un procédé entièrement nouveau, de construire une unité semi-industrielle (le pilot-plan de nos amis américains) qui fournira, dans des conditions plus proches de la réalité de demain, les données nécessaires pour la construction d'une grande installation sans erreurs notables. On évitera ainsi des tâtonnements longs et toujours très onéreux à l'échelle des grandes unités de raffinage.

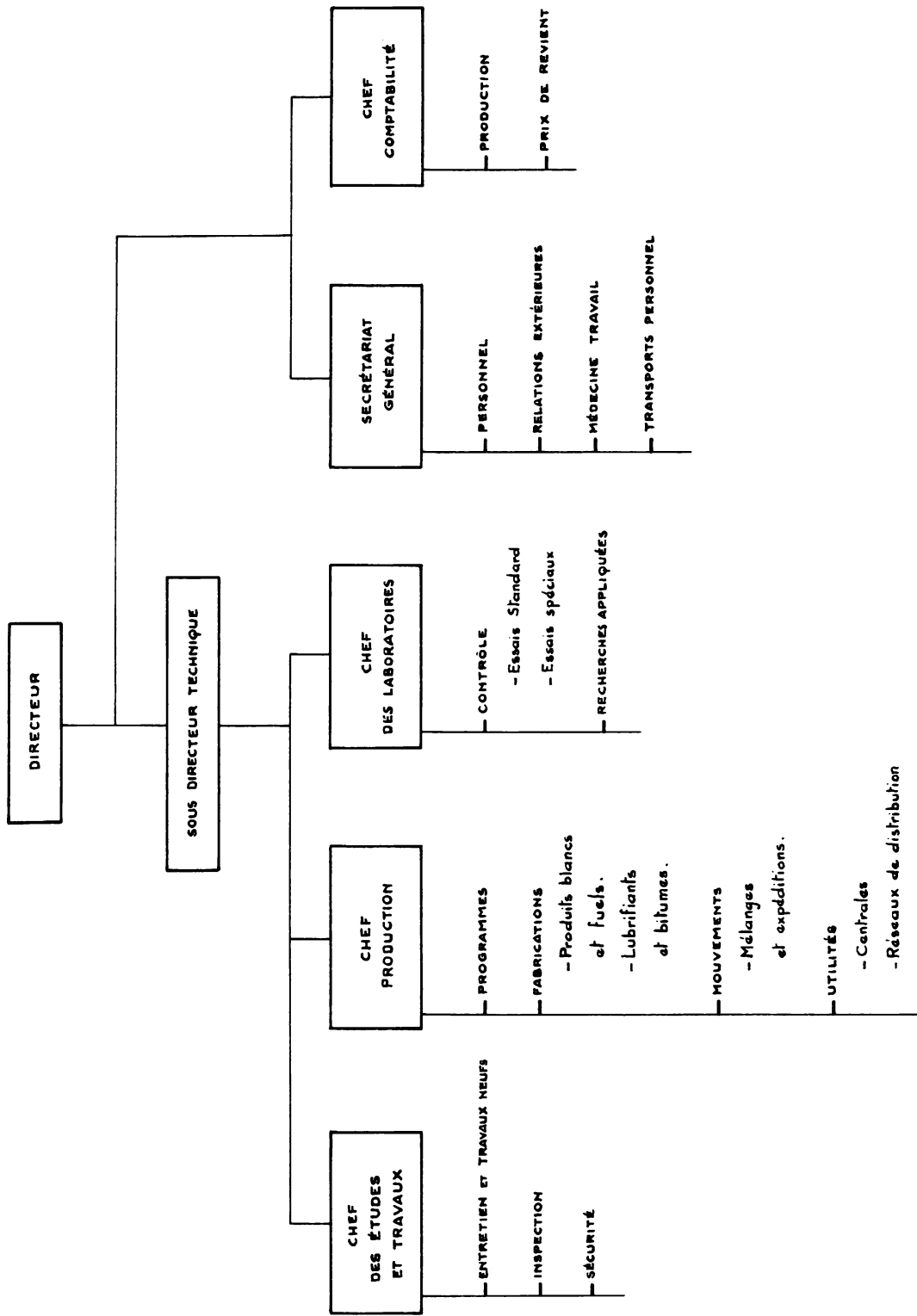
Ce sont des ingénieurs de recherche de toutes spécialités, en même temps que les ingénieurs de développement, dont nous allons parler maintenant qui sont chargés d'assurer le fonctionnement de ces petites installations.

Développement

Le service de développement, qu'on appelle aussi dans certaines raffineries, service technique ou service d'études, est d'introduction relativement récente dans nos usines françaises.

Voyons ses tâches et comment elles s'insèrent dans l'organisation des autres services de la raffinerie.

Supposons, par exemple, que la direction de l'usine veuille savoir quels seraient les changements à apporter à une installation de raffinage ou à son mode d'emploi pour augmenter sa production, ou améliorer la qualité des produits qu'elle élabore, ou encore diminuer son coût d'exploitation. Si la demande d'étude est faite à l'ingénieur de fabrication intéressé, on est à peu certain que le résultat sera long à obtenir car cet ingénieur, occupé toute la journée par ses responsabilités de production, de commandement, de sécurité, n'a généralement pas le temps, ni la tranquillité d'esprit convenables pour mener à bien des études souvent fort ardues et qui nécessitent l'exécution de nombreux essais et mesures, soit au laboratoire, soit sur l'unité elle-même.



UTILISATION DES INGENIEURS

On est donc amené à confier la résolution des problèmes de ce genre à d'autres ingénieurs, attachés au service développement de l'usine qui comprend autant de spécialistes qu'il est nécessaire (distillation, cracking, traitements chimiques ou par solvants, utilités, etc). Ils vont travailler dans l'installation intéressée avec leur collègue qui reste bien entendu responsable de la bonne marche de celle-ci. Du fait qu'ils sont eux-mêmes entièrement dégagés des soucis de la production, ils peuvent passer à leur guise de l'unité au laboratoire, à leur bureau, à la bibliothèque ou au bureau de dessins sans être à chaque instant rappelés à pied d'œuvre comme le serait l'ingénieur responsable de l'installation. N'ayant à s'occuper que de leurs études, ils peuvent aboutir d'autant plus vite au résultat cherché que, travaillant presque toujours dans la même spécialité, ils ont généralement à traiter des problèmes très proches les uns des autres.

La bonne utilisation des ingénieurs de développement par la direction de l'usine ou les principaux chefs de service permet de réaliser des progrès incomparablement plus rapides qu'avec les anciennes organisations, de type un peu militaire, qui concentraient sur la même personne trop de responsabilités et trop de problèmes à résoudre.

Organigramme

Nous présentons ci-contre un organigramme-type de raffinerie. Il comporte l'indication de services administratifs (Secrétariat général et Comptabilité) directement rattachés au directeur de la raffinerie, tandis que les services techniques, dont nous avons parlé dans les pages précédentes, sont tous rattachés au sous-directeur.

ANNEXE IV

ÉVOLUTION DE L'INDUSTRIE DU RAFFINAGE DU PÉTROLE PENDANT LES 40 DERNIÈRES ANNÉES

Facteurs ayant orienté l'industrie du raffinage

Il est intéressant pour de jeunes ingénieurs qui se destinent à n'importe quelle industrie d'être informés sur les traits principaux de l'évolution de celle-ci pendant les 30 ou 40 dernières années. Cela leur montre d'abord quels genres de problèmes ont eu à résoudre leurs prédécesseurs et peut-être trouveront-ils aussi dans les lignes du passé de bonnes indications pour l'avenir.

Les voies que nous avons suivies pendant cette période ont été tracées dans celles des industries de l'automobile et de l'aviation qui utilisent la plupart de nos produits essentiels : carburants, carburateurs, gas-oil, huiles lubrifiantes et elles se sont élargies tout naturellement au fur et à mesure que se multipliaient les autos et les avions. D'autres voies latérales se sont ouvertes aussi aux autres dérivés du pétrole que les moteurs ne pouvaient pas consommer. Le fuel oil chauffe les chaudières fixes et les locomotives, les bitumes sont répandus sur les routes, etc. Enfin, depuis une douzaine d'années la Pétroléochimie absorbe une proportion de plus en plus importante de dérivés légers du pétrole brut.

Nous allons voir tout d'abord les tendances qui ont orienté cette industrie et ont amené les raffineurs à transformer radicalement leurs usines au cours de ces quatre dernières décades.

- Il y a eu un accroissement considérable de la consommation des dérivés du pétrole et donc une augmentation correspondante des tonnages de pétrole brut qu'il a fallu traiter chaque année dans les usines.

En 1920 la production mondiale de pétrole brut, et par conséquent la quantité à raffiner, était de 95 millions de tonnes et c'est plus

EVOLUTION DU RAFFINAGE

de 1 milliard de tonnes qu'il a fallu traiter en 1960. Comme le nombre total des raffineries n'a pas beaucoup augmenté dans le monde, c'est donc que chacune d'elles traite en moyenne presque 10 fois plus qu'il y a 40 ans.

- Les proportions de consommation des dérivés du pétrole ne sont pas celles que donnent les opérations de distillation et d'épuration. Il a donc fallu augmenter considérablement les conversions au fur et à mesure qu'augmentaient les tonnages demandés.

- C'est aussi la variété des pétroles bruts (quelquefois 6 ou 7) avec lesquels on alimente en permanence la même raffinerie. Autrefois, la règle assez générale était de ne pas avoir à en traiter plus de 2 ou 3 qualités et dans nos raffineries françaises nous avons souvent la chance de n'en traiter qu'une seule et unique pendant toute l'année.

Cette diversité est un corollaire de l'augmentation des tonnages mais elle provient aussi de la multiplication des champs pétrolifères et de l'enchevêtrement des intérêts pétroliers dans le monde.

- Le marché des raffineries s'est considérablement étendu dans l'espace et il est un bon nombre de ces usines qui travaillent non seulement pour alimenter en produits pétroliers une zone plus ou moins grande de la métropole, mais pour l'exportation dans des pays étrangers quelquefois fort lointains.

Il en est résulté tout d'abord une augmentation assez notable du nombre des produits qu'il a fallu fabriquer pour satisfaire les divers marchés. Puis, on a dû se laisser imposer une multitude de spécifications différentes dont plusieurs s'appliquent souvent à des produits de même dénomination.

Pourquoi cette variété de caractéristiques, par exemple, pour des essences qui sont toutes destinées aux moteurs ? Elle est justifiée souvent par l'état du parc automobile du pays de destination ou encore par ses conditions climatiques, mais elle est due aussi quelquefois, je le crois bien, à la fantaisie des fabricants locaux de spécifications qui veulent absolument faire du neuf.

Si nous comptons aujourd'hui les feuillets du "catalogue" des produits livrés par une raffinerie quelconque, nous en trouvons 5 ou 6 fois plus, au bas mot, qu'il y a une vingtaine d'années, sans parler d'il y a quarante ans.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Les progrès de la science et de l'industrie, les exigences de la concurrence et de la réglementation ont conduit d'autre part à l'élaboration de produits beaucoup plus évolués et relevant par conséquent de techniques beaucoup plus nombreuses et plus précises qu'autrefois. Une banale essence automobile doit satisfaire aujourd'hui à 15 ou 20 critères, alors qu'il y a 40 ans on se contentait de 3 ou 4. Il en est de même pour la plupart des autres produits.

Les raffineurs ont répondu à tous ces impératifs, mais au prix d'un renouvellement complet :

De leurs méthodes de traitement,

De leur matériel, et enfin

De l'organisation du travail dans leurs usines.

Modifications des méthodes de raffinage

Cycles continus

- Il fut d'abord possible de faire face aux augmentations de tonnage sans multiplier les installations de raffinage, simplement par la généralisation des cycles continus dans les fabrications.

Nous ne pouvons en donner un meilleur exemple qu'en nous transportant dans une petite raffinerie du nord de la France où nous avons fait nos débuts d'ingénieur. Avant 1914 cette raffinerie distillait son pétrole brut en discontinu, dans de grandes chaudières cylindriques de 100 m³ de capacité utile. On réalisait en 4 ou 5 jours le cycle d'opérations comprenant le remplissage, la chauffe, la distillation et la vidange du résidu. Les 4 chaudières de la raffinerie permettaient ainsi de distiller 600 à 700 m³ de pétrole brut par semaine.

Quand les tonnages à traiter augmentèrent sérieusement, on connecta ensemble ces 4 chaudières après les avoir dénivelées l'une par rapport à l'autre, de manière que le résidu de la première puisse alimenter la seconde par gravité et ainsi de suite. Un système de récupération de chaleur et de préchauffage du pétrole brut fut installé en avant des chaudières et l'adoption de la distillation continue permit de distiller dans cette batterie des 4 mêmes chaudières près de 700 m³ par jour, soit 6 à 7 fois plus qu'auparavant. Ce système avait également l'avantage de diminuer considérablement les dépenses de combustible puisqu'on récupérait une bonne partie de la chaleur contenue dans les distillats et le résidu de l'opération.

Ce système de distillation continue avait été inventé et breveté par Nobel vers 1880, mais il ne fut employé effectivement que beaucoup plus tard.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Nous verrons d'ailleurs au chapitre suivant sur le matériel qu'on réalisa ensuite dans les raffineries un autre système de distillation continue beaucoup plus efficace que celui des chaudières cylindriques en cascade.

- Au fur et à mesure que les tonnages traités augmentaient, les raffineurs se trouvaient en présence d'un autre genre de difficultés. Les procédés de raffinage alors utilisés, qui étaient la distillation et l'épuration, leur donnaient des essences, pétroles, gas-oils, etc. dans la proportion où ils préexistaient dans le pétrole brut, mais c'était de moins en moins celle dans laquelle on pouvait les utiliser.

Opérations de conversion

La construction automobile avait bien progressé depuis 1900 et il avait fallu déjà faire appel quelque peu au cracking thermique découvert par hasard et qui permettait de transformer le gas-oil en essence. Mais il ne s'agissait encore que de quelques unités dans quelques raffineries.

C'est à partir de 1916-1917 que les demandes d'essences s'amplifièrent considérablement quand il fallut approvisionner en carburant les transports militaires et les avions des alliés en guerre. On aligna donc les chaudières de cracking les unes à côté des autres dans les grandes raffineries de la côte atlantique et dans certaines de ces usines le nombre des chaudières dépassa 150, toutes identiques et à fonctionnement discontinu, comme on savait seulement le faire à ce moment-là.

Le cracking ne cessa pas de se développer par la suite, mais, comme la transformation des gas oils est génératrice de beaucoup de gaz dont on n'avait qu'un emploi partiel dans les raffineries, on fut amené à mettre au point une autre opération de conversion portant cette fois sur les gaz. Ceux-ci purent être partiellement transformés en essence par polymérisation des hydrocarbures non saturés contenus dans ces gaz.

La notion de pouvoir indétonant des essences avait été mise en lumière par Ricardo vers 1922, mais elle ne fut vraiment bien précisée que lorsqu'on sut l'évaluer avec le moteur C.F.R. qui fit son apparition vers 1930, en même temps que l'indice d'octane. On se rendit compte alors que les essences provenant des opérations de cracking étaient, en général, beaucoup moins détonantes que celles de distillation directe des pétroles bruts. On en conclut qu'on devait pouvoir améliorer ces essences directes par une opération de cracking.

On y réussit d'ailleurs, mais avec des températures et des pressions nettement plus élevées qu'avec le gas-oil et c'est ainsi qu'apparut le reforming thermique.

Les raffineurs disposaient en outre depuis une dizaine d'années du plomb tétraéthyle qui, joint aux opérations de cracking et de reforming, permettait de donner aux essences les indices d'octane demandés par l'automobile et l'aviation. Mais les exigences du marché à ce point de vue devinrent si pressantes que cette situation favorable ne pouvait pas durer et qu'il fallait s'apprêter à faire un nouveau pas. Il fut franchi grâce aux catalyseurs.

Catalyse

- C'est pendant les années qui précédèrent la dernière guerre que l'on vit apparaître la catalyse dans les opérations de transformation. Sabatier avait bien donné dès 1915 des précisions sur la nature des catalyseurs convenables (oxydes métalliques) pour le cracking des hydrocarbures, sur leur mode d'emploi et même sur leur régénération in situ, mais les articles qu'il avait publiés et même les brevets qu'il avait pris à cette époque n'avaient pas attiré l'attention des raffineurs. Les premières applications à grande échelle de la catalyse dans l'industrie du pétrole semblent avoir été faites à propos des polymérisations d'oléfines. Le catalyseur en l'espèce était l'acide phosphorique.

Une autre synthèse à partir des gaz, l'alkylation, fut découvert peu après par Birch, de l'Anglo Iranian, qui fit appel à l'acide sulfurique comme catalyseur.

A peu près dans les mêmes temps (1936), Houdry mettait en route un grand cracking à lit fixe à la raffinerie de Paulsboro près de Philadelphie, dans lequel on utilisait industriellement pour la première fois les catalyseurs silice-alumine, qui ont fait florès depuis lors. La Standard trouvait, quelques années plus tard, un mode d'emploi très remarquable de ces mêmes catalyseurs silico-alumineux dans le cracking à catalyseur fluide. C'est ce dernier procédé qui a été utilisé pour la majeure partie des unités de cracking construites depuis lors.

Ces catalyseurs n'étaient malheureusement pas applicables à l'opération de reforming des essences et c'est seulement en 1939-1940 que la difficulté fut résolue et que l'on construisit les premières unités de reforming catalytique à l'oxyde de molybdène (hydroforming). Ce catalyseur et la conception de l'unité n'étaient d'ailleurs pas parfaits

et les 9 ou 10 installations qui ont été construites pendant la guerre aux U.S.A. n'ont pas été suivies d'unités semblables. Elles ont rendu cependant les plus grands services en permettant la préparation de la majeure partie du toluène réclamé par les fabrications de guerre, mais leur construction et leur exploitation étaient jugées trop onéreuses par les raffineurs pour une économie de temps de paix.

Un jeune savant, V. Haensel, et ses collaborateurs de l'Universal Oil Products, réalisèrent quelques années après la dernière guerre, l'industrialisation du procédé de déshydrogénation des naphtènes en présence de platine qui avait été décrit par Zelinsky quelque trente ans plus tôt. Le reforming catalytique dénommé platforming, qu'ils lancèrent sur le marché en 1949-1950, augmente en effet l'indice d'octane des essences, surtout par déshydrogénation des naphtènes en aromatiques. L'unité de Lavéra mise en route en 1954 semble avoir été une des toutes premières qui aient fonctionné en Europe.

- On peut ranger aussi parmi les opérations de conversion qui se sont largement développées au cours des 15 dernières années la préparation, à partir de coupes pétrolières, des matières de base de la pétroléochimie, à savoir les premiers hydrocarbures de la série éthylénique et le butadiène. Pendant quelque temps, c'est le cracking des gas oils et le cracking des parties lourdes du gaz naturel qui ont donné des gaz riches en éthylène, propylène, etc., mais en Europe où les gaz naturels ne sont encore pas bien abondants et où le cracking des distillats lourds pour essence ne peut pas être pratiqué sur une échelle aussi grande qu'aux U.S.A., on fait souvent appel au steam cracking qui transforme en éthylène, propylène, etc., les essences légères dont on dispose en grande quantité. Ce procédé donne en même temps une proportion intéressante de butadiène avec un prix de revient inférieur à celui que l'on obtient par la déshydrogénation des butanes ou des butènes.

Nous avons vu tout à l'heure que l'extraction des hydrocarbures aromatiques de coupes de reforming, préparées spécialement, avait été pratiquée sur une assez grande échelle pendant la guerre pour la préparation des explosifs. Elle a été reprise depuis lors en vue de la fabrication des produits chimiques et elle se développe d'ailleurs rapidement car les aromatiques sont une des bases des principaux caoutchoucs synthétiques, du nylon, du terylène, du phénol et de beaucoup d'autres produits d'importance croissante.

Traitement des produits blancs

- Il y a peu de mots à dire sur l'évolution des traitements chimiques

EVOLUTION DU RAFFINAGE

des produits blancs, sinon qu'ils se sont considérablement simplifiés depuis 40 ans. C'était le groupe d'opérations qui paraissait le plus compliqué au jeune raffineur que j'étais en 1923. A ce moment-là, les pétroles bruts très sulfurés du Proche-Orient commençaient à alimenter notre raffinerie du Nord. Les méthodes de traitements chimiques des pétroles d'Oklahoma ou du Caucase que l'on connaissait bien à l'usine n'étaient malheureusement pas du tout adaptées aux nouvelles matières premières que nous recevions. Nous dûmes donc mettre en train tous nos moyens d'investigation, qui n'étaient pas très considérables, pour redresser une situation fort difficile, et nous y parvîmes tout de même.

Depuis cette époque héroïque, les chimistes ont éclairci les réactions d'adoucissement, autrement dit la transformation des mercaptans en disulfures. Ils ont trouvé les "solutizers" qui éliminent les mercaptans et enfin est arrivé l'hydrogène fourni par le reforming catalytique qui transforme en hydrogène sulfuré, facile à éliminer, toutes les combinaisons organiques de soufre et qui stabilise aisément les diéthyléniques.

Les responsables des traitements chimiques dans les raffineries sont en général aujourd'hui des jeunes gens très décontractés et il n'est pas sûr qu'ils apprécient bien leur bonheur. Leurs anciens étaient assurément moins heureux et il leur arrivait souvent de ne savoir à quel saint se vouer pour aplanir leurs difficultés avec les 3 réactifs dont ils disposaient (SO_4H_2 , NaOH , CaOCl_2) ... et cela d'autant plus que ces ingénieurs étaient d'habitude chargés de l'élimination des sous-produits (goudrons acides, soudes usées, etc.). Les épurations chimiques n'ont donc plus la place de bêtes noires qu'elles tenaient autrefois dans l'économie du raffinage. On les voit même remplacées quelquefois par l'addition, en proportion homéopathique, d'un dope qui prévient les mauvais effets de petites impuretés qui pourraient subsister dans les produits avant leur mise à la consommation.

Fabrication des lubrifiants

- La fabrication des huiles lubrifiantes a bénéficié, elle aussi, de perfectionnements considérables pendant ces 40 dernières années, et ils ont été tout aussi spectaculaires.

Avant 1920, l'utilisation des lubrifiants d'origine pétrolière n'était pas universelle comme aujourd'hui. L'automobile et l'industrie les employaient parfois, mais avec méfiance. Je me souviens fort bien aussi d'avoir visité en 1912 une usine où l'on graissait les moteurs à gaz avec de l'huile de "pied de bœuf". Les moteurs des milliers

d'avions de la guerre de 1914 étaient lubrifiés à l'huile de ricin. En fait, on fabriquait déjà depuis longtemps des huiles d'origine pétrolière, mais elles étaient de qualités très inégales.

Le premier grand perfectionnement dans la fabrication des lubrifiants fut apporté par la distillation sous vide qui évitait la décomposition des hydrocarbures. Elle avait été utilisée pour la première fois vers 1910, mais elle ne se généralisa guère avant 1920. Les résidus des pétroles bruts de Pennsylvanie soumis à cette distillation sous vide, déparaffinés et traités à l'acide sulfurique et à la soude, constituèrent des lubrifiants pétroliers de qualité très convenable puisqu'ils purent être utilisés non seulement pour les usages industriels mais encore pour l'automobile et bientôt pour l'aviation. L'avion de Lindbergh, qui traversa l'Atlantique en 1927, avait un moteur lubrifié à l'huile de pétrole.

Les raffineurs qui ne disposaient pas de bruts de Pennsylvanie, désiraient beaucoup eux aussi fabriquer de bonnes huiles lubrifiantes et ils parvinrent à leurs fins quand les méthodes physiques de traitement par les solvants sélectifs furent mises au point.

C'est entre 1930 et 1940 que l'on vit se répandre ces méthodes, bien que de nombreux brevets préconisant l'emploi des solvants aient été pris et abandonnés pendant les 20 années précédentes par des inventeurs isolés. Il est assez rare d'ailleurs que, dans ces matières, la naissance d'un procédé industriel n'ait été précédée, bien des années auparavant, par des brevets pris à tout hasard à la suite d'essais de laboratoires qui n'avaient pas paru à l'époque assez concluants pour faire l'objet d'une réalisation à grande échelle.

En 1940, une bonne vingtaine de solvants étaient utilisés industriellement. Les uns précipitaient à froid la paraffine, les autres avaient une affinité sélective pour les aromatiques et, en les éliminant par dissolution, amélioraient l'indice de viscosité et la stabilité des huiles. Deux d'entre eux, le phénol et le furfurool, ont depuis lors nettement pris le premier rang parmi ce genre de solvants sélectifs pour les aromatiques.

De tous les traitements des huiles, celui dont la mise au point paraît avoir été la plus difficile, est le déparaffinage. Pendant les 40 dernières années, cette opération prit 3 formes que nous avons toutes utilisées dans nos raffineries françaises.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

A l'origine, on pressait à froid les distillats paraffineux dans des filtres à plateaux et ce procédé ne pouvait s'appliquer qu'aux huiles de viscosité relativement basse. Si l'on avait besoin d'huiles lourdes visqueuses pour la lubrification des cylindres de machines à vapeur par exemple, il fallait faire appel aux huiles naphthéniques dont l'indice de viscosité était plutôt faible, mais dont le point de congélation était naturellement bon.

Un gros progrès fut fait quelques années après 1920 quand on précipita vers -30°C la paraffine des fractions lourdes par une coupe d'essence légère et qu'on la sépara ensuite de la solution d'huile par centrifugation. Ceux qui ont visité notre raffinerie du Nord avant la guerre se souviennent encore des chambres froides à filtres-presses et des 15 centrifuges Sharples qui ronronnaient jour et nuit à 17 000 tours à la minute. Un peu plus tard, Alfa-Laval brevetait un autre procédé qui utilisait le trichloréthylène et nécessitait lui aussi une centrifugation des paraffines précipitées à froid.

Ces méthodes de travail entraînaient des pertes considérables de solvant et conduisaient à des points de congélation d'huiles déparaffinées supérieurs d'au moins 15° aux températures de réfrigération qu'on avait employées. Elles étaient donc chères et assez peu efficaces et c'est avec satisfaction que les raffineurs furent un jour à même de les remplacer par les procédés à la méthyléthylcétone-toluène ou au propane où les centrifuges étaient remplacées par de grands filtres rotatifs qui tournaient très lentement et qui, eux, étaient bien étanches.

Comme pour les essences, et même ici bien davantage, des dopes ajoutés aux huiles lubrifiantes ont prolongé les opérations de raffinage. On en a proposé un nombre incroyable (plusieurs milliers) et beaucoup d'entre eux améliorent d'une façon assez spectaculaire certaines caractéristiques essentielles des huiles (point de congélation, indice de viscosité, stabilité, etc).

- L'affinage de la paraffine et des cires a subi une évolution parallèle. Les anciennes opérations de pressage à chaud et de ressuage ont fait place à la recristallisation de la paraffine dans le solvant qui a servi à l'extraire. Sa décoloration finale est toujours obtenue par la terre à foulon ou par l'acide sulfurique et la terre, mais le moulage final se fait souvent aujourd'hui en continu quand les tonnages en valent la peine.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Un jeune ingénieur, revenu récemment d'Amérique, m'a indiqué que cette phase de fabrication de la paraffine avait fait dernièrement de notables progrès en s'inspirant de celle ... du chocolat.

Rôle de l'hydrogène

- Il apparaît maintenant que l'emploi de l'hydrogène est entrain de modifier profondément l'épuration finale des huiles lubrifiantes. On savait déjà que le traitement décolorant et stabilisateur à la terre activée pouvait être remplacé par une hydrogénation en présence de cobalt-molybdène quand l'huile lubrifiante avait été traitée préalablement par les solvants. Un chimiste français a pu en 1959 renforcer considérablement l'action du catalyseur par l'adjonction d'un promoteur au fer et de telle sorte que le procédé est applicable même aux huiles lubrifiantes sortant juste de la distillation sous vide et n'ayant donc subi aucune extraction par solvant.

L'hydrogène aujourd'hui disponible en grande quantité et à bon marché dans les raffineries avait déjà permis de résoudre des problèmes considérés autrefois comme quasi-insolubles dans les limites de prix qui nous étaient et nous sont encore imparties. Il s'agit de la désulfuration des gas-oils et de la stabilisation des essences de steam-cracking.

Il permet aussi par sa présence d'améliorer sensiblement les résultats du cracking (hydrocracking, isocracking) et on a peu de chances de se tromper en pensant que d'autres procédés intéressants basés sur l'hydrogène vont voir le jour d'ici quelques années.

Il y a peu à parler des bitumes sinon pour dire que l'amélioration générale de la qualité des produits obtenus vient, d'une part, de l'incorporation en quantités de plus en plus grandes de bitumes souflés à l'air chaud et, d'autre part, de l'addition de dopes très divers qui modifient dans le sens désiré les propriétés de surface des liants bitumineux.

Comme pour les huiles lubrifiantes, les perfectionnements de la technique ont permis de préparer des bitumes routiers et industriels excellents à partir de très nombreux bruts, alors que pendant de longues années, les seuls fournisseurs de ce genre de produits étaient les raffineurs qui avaient pu s'assurer la fourniture de bruts naphthéniques lourds, comme on en trouve au Mexique ou au Venezuela par exemple.

Constitution des produits finis

- Enfin, depuis quelques années, la constitution des produits finis,

EVOLUTION DU RAFFINAGE

essences, huiles, etc, aux spécifications du marché, par mélange de produits élaborés par diverses installations, a tendance à être opérée "en ligne" avant envoi, soit dans le réservoir à produit fini de la raffinerie, soit directement dans les citernes des bateaux, camions et wagons d'expédition. La méthode utilisée jusqu'alors consistait à transvaser les divers constituants en proportion déterminée de leur réservoir dans celui de produit fini et de brasser ensuite le contenu de ce dernier quand il avait reçu tous ses éléments de constitution.

La nouvelle méthode permet de supprimer beaucoup de réservoirs affectés aux coupes de constitution. Elle est, par ailleurs, largement aussi précise que le transvasement et le brassage et occasionne moins de pertes de produit par évaporation au cours des mélanges.

On voit donc que les méthodes de raffinage ont été profondément modifiées au cours de ces 40 dernières années : adoption des cycles continus, emploi des solvants et généralisation des procédés de conversion catalytique, etc, prolongation des effets du raffinage par les dopes. Depuis quelques années, les changements auxquels nous assistons à l'échelle industrielle ne sont pas aussi révolutionnaires qu'au cours des précédentes décades. Ils tendent toujours, bien entendu, à l'amélioration de la qualité des produits du pétrole et à l'abaissement des coûts de fabrication, mais il s'agit aujourd'hui plutôt de perfectionnements de détail que d'inventions qui changent du tout au tout la face de l'industrie.

De nouvelles méthodes fort originales viennent cependant d'être mises au point au laboratoire pour la séparation des hydrocarbures ou des groupes d'hydrocarbures qui constituent les pétroles bruts ou les coupes déjà sélectionnées.

Peut-être avez-vous entendu parler de la "diffusion thermique" qui permet d'obtenir à petite échelle des séparations remarquables. La "perméation" à travers des membranes et surtout l'application des "tamis moléculaires" constitués par des zéolithes artificielles dont le diamètre des pores peut être ajusté à la valeur désirée. Ce dernier procédé par exemple a permis d'isoler tous les hydrocarbures à chaîne droite dans un mélange. Dans d'autres cas, la "Clathration", c'est-à-dire la formation de complexes du réactif avec un groupe de corps du mélange, permet l'élimination simple de certains éléments.

Il y a déjà un commencement de réalisations industrielles à partir de ces procédés de séparation et il est fort probable que certains

EVOLUTION DU RAFFINAGE

d'entre eux se développent beaucoup au cours des prochaines années. Par contre, la "chromatographie en phase gazeuse" qui réalise journellement des sortes de miracles au laboratoire, dans le domaine analytique, paraît beaucoup plus difficile à transposer industriellement. Il ne s'agit pourtant que d'une utilisation assez évoluée des propriétés sélectives des corps poreux adsorbants qui sont connues depuis plusieurs dizaines d'années. Peut-être aura-t-on besoin un jour, en pétroléochimie ou ailleurs, des sélections absolues que donne cette technique. Il sera alors possible d'envisager les dépenses d'investissements et d'exploitation apparemment très élevées d'une installation industrielle de ce type.

L'augmentation du pouvoir calorifique des carburants et combustibles serait certainement appréciée des industriels de l'automobile et de l'aviation, ainsi que des constructeurs de missiles. Faute d'avoir pu le faire, les chercheurs ont tout au moins découvert avec les piles à hydrocarbures et la magnétohydrodynamique, des voies qui permettront certainement d'améliorer considérablement le rendement énergétique des hydrocarbures.

Nous avons dans l'industrie du raffinage un champ immense d'applications possibles qui sont bien tentantes pour l'imagination de nos physiciens, chimistes et ingénieurs. Les nouveaux outils, que procure la microbiologie par exemple, semblent pouvoir permettre l'élaboration d'aliments pour le bétail, avec de bons rendements, à partir de fractions notables du pétrole brut. Si ces fabrications peuvent être développées, elles susciteront un grand intérêt dans les régions arides du globe.

Peut-on savoir ce qu'apporteront un jour à notre industrie les applications de la physique atomique ? En attendant, on peut supposer que celles de l'électronique dépasseront bien un jour les appareils de contrôle pour participer plus directement aux opérations de raffinage.

Changements apportés au matériel

Nous avons vu que les raffineurs américains mis dans l'obligation entre 1910 et 1920, de transformer en essence la majeure partie de leur gas-oil, avaient résolu le problème en installant dans leurs usines de nombreuses chaudières discontinues de cracking. Avec l'augmentation rapide des tonnages, ils auraient pu être tentés d'associer leurs chaudières par batteries de 8 ou 10, ou davantage, pour réaliser une marche continue beaucoup plus rapide. C'est d'ailleurs ce qu'on faisait à cette époque pour la distillation du brut.

Vers la mise au point du cracking

On se rendit compte rapidement que cela n'était pas possible pour le cracking qui était une opération beaucoup plus délicate que la distillation : difficulté de maintenir l'équipression dans toutes les chaudières, formation de coke qui gênait l'écoulement du résidu de l'une dans l'autre et qui, de toutes façons, interdisait les marches continues de plusieurs semaines, car ce coke s'attachait irrémédiablement aux parois et aurait provoqué la destruction des chaudières par surchauffe des tôles inférieures. On était donc dans l'obligation absolue de trouver d'autres procédés pour réaliser le cracking des gas-oils ou des résidus parce qu'il ne pouvait pas être question, bien entendu, d'aligner 300 ou 500 grandes chaudières horizontales discontinues pour cracker les tonnages que l'on avait à considérer à partir des années 1920.

De nombreux types d'installations furent alors proposés et c'est pendant cette décade 1920-1930 que l'on vit apparaître un peu partout les unités Cross, Dubbs, Holmes Manley, Tube and Tank, etc. Elles avaient toutes ceci de commun, que la chauffe du produit à craquer était faite en continu dans une chaudière tubulaire (pipe still) suivie d'une chambre de réaction. La vitesse de circulation dans la chaudière tubulaire créait une telle turbulence que le coke formé par le cracking restait en suspension dans le mélange en ébullition. Ce mélange sous pression et à la température de cracking, c'est-à-dire de 500°C environ, déposait son coke au passage dans la chambre de réaction non chauffée et on le détendait notablement dans une ou plusieurs tours de fractionnement où les produits légers étaient recueillis par le haut, le résidu par le bas et le produit intermédiaire (gas-oil à recycler) éventuellement par prélèvement latéral.

Ces modifications, faites au matériel de cracking pour l'adapter au cycle continu, s'étendirent progressivement à toutes les unités à feu des raffineries. On abandonna les chaudières cylindriques de distillation au profit des tubulaires fonctionnant en continu et déversant, après l'avoir amené à la température voulue, un mélange de liquide et de vapeurs dans une haute tour équipée de plateaux de fractionnement.

Ce fut là un tournant décisif dans l'évolution du matériel de raffinage du pétrole. C'est en 1927, si mes souvenirs sont exacts, que Foster Wheeler construisit la première grande unité de Topping

fonctionnant suivant ce principe. Elle constituait un perfectionnement très notable sur les tentatives d'emploi des chaudières tubulaires qui avaient été faites précédemment dans les raffineries (le système Trumble par exemple). Les facilités de réglage et la précision du fractionnement étaient beaucoup plus grandes qu'auparavant.

Aujourd'hui, toutes les unités de distillation et de cracking ont ces systèmes de chauffe et de fractionnement et il est courant d'obtenir en première distillation 6 ou 7 coupes ne se recouvrant pas ou tout au moins se recouvrant très peu. Quant aux unités de redistillation des solvants, elles fournissent des fractions qui distillent dans un intervalle de moins de 5°C si on le désire. C'est une question de nombre de plateaux et de reflux dans la colonne de fractionnement.

Mesure et régulation

- L'absence d'inertie calorifique dans les nouvelles installations de cracking par suite du faible volume de matière première chauffée à un instant donné, ainsi que la continuité des opérations, nécessita le branchement d'appareils de mesures précis dans de nombreuses parties de l'appareillage. Il était en effet indispensable de connaître les températures, pressions, niveaux, débits, à tous les endroits sensibles de l'installation. Comme les points de mesure étaient nombreux et que la main d'œuvre doit être ménagée, on réalisa à cette occasion des transmissions de mesures à distance, précises et fidèles, et on rassembla tous les cadrans dans une salle de contrôle, à l'image de ce que l'on faisait déjà pour les centrales électriques, avec beaucoup plus de facilité.

Très rapidement ensuite les appareils de mesure devinrent des appareils de régulation grâce à un réseau auxiliaire d'air comprimé qu'on aménagea dans toutes les installations et ce fut là, avant la lettre, de l'automatisme ou de l'"automation" comme disent nos amis américains. Aujourd'hui, on s'affranchit même du réseau d'air comprimé avec les appareils électroniques dont la réponse est beaucoup plus rapide.

Quelques raffineries d'outre-Atlantique possèdent, reliées à leurs unités de fabrication, des machines à écrire automatiques (data loggers) qui reportent toutes les heures sur les feuilles de marche, les éléments inscrits sur les cadrans de la salle de contrôle. Elles tapent même en rouge les nombres qui dépassent dans un sens ou dans l'autre les normes de fonctionnement que le chef opérateur a fixées d'avance. Enfin, les ordinateurs électroniques, qui reçoivent déjà par ailleurs tant d'applications dans les bureaux de calcul vont

EVOLUTION DU RAFFINAGE

peut être trouver un emploi dans les unités elles-mêmes. Ils seront associés aux appareils de mesure et de régulation et en présence d'une perturbation quelconque ou d'un changement dans l'alimentation de l'unité, ils effectueront automatiquement les calculs qui permettront à l'appareillage de contrôle d'ordonner le redressement convenable pour l'optimisation des opérations. Il existe quelques installations de ce genre à l'essai en ce moment.

Une nouvelle évolution se prépare aussi avec les appareils analyseurs qui, branchés sur les unités industrielles, permettent de connaître à tout instant la densité, la viscosité, la courbe de distillation, etc., des produits élaborés par celles-ci. Il n'est donc plus besoin de prélever des échantillons et de les envoyer au laboratoire.

Changements d'ordre métallurgique et de la conception des appareils

- Le nouveau matériel, qui constituait vers 1930 les unités de fabrication adaptées aux opérations continues de topping et de cracking, ne permettait cependant pas d'assurer des marches bien longues. Un "run" ou une campagne de Topping durait 3 à 4 mois et les opérations de cracking ou de reforming ne se prolongeaient jamais au-delà de 3 ou 4 semaines. Les points faibles de ces installations étaient surtout dans les fours dont les tubes en acier au carbone ne pouvaient résister aux marches prolongées. Une nouvelle étape de progrès se fit avec les métallurgistes qui proposèrent l'emploi des aciers alliés à 4/6 % de chrome et 0,5 % de molybdène, dont les températures de fluage étaient notablement plus élevées que celles de l'acier au carbone.

Un peu plus tard, les colonnes de flash se garnirent d'acier doublé qui résistait parfaitement à la corrosion et à l'érosion, puis ce fut le matériel de condensation et de réfrigération qu'on équipa de tubes de bronze de qualités étudiées pour résister à l'agressivité des distillats sulfurés et à l'attaque extérieure de l'eau de mer. Tous les vieux condenseurs qui comportaient des tubes en fonte de 4 pouces disparurent ainsi progressivement.

- Le matériel des distillations sous vide pour la fabrication des lubrifiants suivit la même évolution et les anciennes pompes à vide à piston furent bientôt toutes remplacées par des éjecteurs à vapeur. Les centrifuges du déparaffinage firent place à des filtres rotatifs parce qu'avec les nouveaux solvants, il était devenu possible de retenir sur des toiles les paraffines précipitées. Les anciens agitateurs discontinus à acide sulfurique ne furent plus employés pour le traitement des huiles automobiles et on construisit à leur place les tours mélanges et les évaporateurs de solvant exigés par les nouveaux procédés.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Le principe même de l'appareillage des unités de fabrication changeait en même temps. Les pompes alternatives à vapeur étaient progressivement remplacées par des pompes centrifuges beaucoup moins encombrantes et plus économiques, à débit égal, et l'acier se substituait partout à la fonte, non seulement pour les pompes, mais aussi pour les vannes et pour tous les accessoires des unités, des réservoirs et des tuyauteries. Les vannes furent éventuellement faites d'acier forgé quand elles étaient utilisées sur un circuit très chaud et sous pression.

Les dimensions des réservoirs métalliques étaient multipliées par 3 ou 4 et leurs tôles furent bientôt toutes assemblées par soudure électrique. Depuis 20 ans d'ailleurs, le rivet a disparu pratiquement de toute la construction chaudronnée. Des toits flottants équipent la plupart des réservoirs de bonnes dimensions qui contiennent des produits volatils comme le pétrole brut ou l'essence. C'est là un perfectionnement très intéressant pour la diminution des pertes par évaporation et du danger d'incendie.

Changement de l'architecture

- Tout le matériel a donc été renouvelé pendant ces quarante années et il y a eu en même temps une modernisation notable de l'architecture des bâtiments et des raffineries. C'est ainsi que pour des raisons de commodité et de sécurité, on dispose tout différemment d'autrefois les uns par rapport aux autres, les unités de fabrication et les réservoirs.

On avait cru longtemps qu'il était bon d'entourer de murs, les chaudières, les tours, les salles de pompes, ... et quand nous avons nous-mêmes installé en 1927 une fabrication d'huiles lubrifiantes dans notre raffinerie du Nord, tous les réservoirs à huiles intermédiaires et finies ont été montés à l'intérieur de bâtiments clos construits en dur. Vous voyez que le matériel était bien protégé, mais ce qui est curieux, c'est qu'à la même époque on ne prévoyait rien de spécial pour le personnel opérateur des unités. On considérait apparemment qu'il se débrouillerait bien tout seul et qu'au surplus, il trouverait naturellement sa place devant ses volants comme le fait un conducteur de locomotive.

Aujourd'hui, c'est tout à fait le contraire : Unités de fabrication chaudières à vapeur, réservoirs, ... sont en plein air et il n'y a plus du tout de bâtiments pour les protéger. Par contre, le personnel de tous ordres dispose d'emplacements confortables pour surveiller dans de bonnes conditions le déroulement continu des opérations. Disons

aussi que l'on tient le plus grand compte de l'esthétique de l'ensemble industriel pour l'implantation des unités et des bâtiments et pour la silhouette de ces derniers. Ce sont là des considérations dont on ne s'occupait généralement pas du tout il y a 40 ans.

Perfectionnements des appareils de laboratoire

- Le matériel de laboratoire des raffineries a subi lui aussi pendant la même époque de profondes transformations.

Le développement de la production des gaz et de leur transformation en produits liquides appelait de notables perfectionnements aux appareils d'analyse de gaz utilisés jusqu'alors. Nous ne disposions guère en effet, pendant les années 20, que d'appareils d'Orsat plus ou moins adaptés aux raffineries et c'était un matériel assez barbare. Il fallait plusieurs jours pour analyser à peu près correctement un gaz de topping qui ne comportait que quelques hydrocarbures et un peu d'hydrogène sulfuré.

Au cours des années 30, l'appareil de distillation fractionnée Podbielniak avait réduit ce laps de temps à une journée et la précision avait été fortement augmentée. On pouvait enfin aborder avec succès l'analyse des gaz de cracking et aboutir rapidement.

Ce genre d'appareillage, qui a rendu tant de services, est en train de rejoindre le musée de vieilleries depuis que la chromatographie en phase gazeuse a conquis droit de cité dans toutes les raffineries. Par cette méthode, l'analyse d'un gaz de cracking bien compliqué se fait en quelques quarts d'heure et sa réalisation est si simple qu'elle peut être confiée à un simple aide-chimiste entraîné. La Chromatographie a retiré aussi beaucoup d'importance aux spectromètres infra-rouges et ultra-violets, ainsi qu'au spectromètre de masse, qui avaient trouvé place dans beaucoup de laboratoires depuis la guerre.

Les appareils utilisés pour les essais standard des produits pétroliers liquides et solides ont fait l'objet d'études permanentes et aujourd'hui on peut dire, qu'à quelques rares exceptions près, ils sont réellement internationaux, alors qu'il n'en était pas du tout ainsi il y a 40 ans. Ils donnent aussi beaucoup plus rapidement qu'autrefois des chiffres plus sûrs pour caractériser les produits.

Une nouvelle étape semble se préparer, c'est l'automatisation d'une bonne partie de ces essais standard. On est déjà parvenu pour certains d'entre eux à limiter le travail des aides-chimistes à l'introduction de l'échantillon à analyser dans l'appareil d'essai et à la mise

EVOLUTION DU RAFFINAGE

en route de celui-ci en appuyant sur un bouton. Toutes les opérations s'effectuent ensuite dans des conditions parfaitement déterminées et sans intervention humaine. Les résultats de l'essai sont enregistrés automatiquement sur un diagramme qui sert ensuite de fiche d'identité pour le produit analysé. Beaucoup d'études pour étendre ce domaine sont actuellement en cours.

Le perfectionnement des méthodes d'analyses dans le sens de la précision et de la répétabilité des mesures, tout en s'accompagnant d'une grande simplification du travail des manipulateurs, a beaucoup coopéré aux progrès de l'industrie du raffinage.

L'organisation du travail dans les raffineries n'est plus du tout la même qu'autrefois

Organisation du travail de fabrication et de la recherche

Le genre d'organisation des services techniques que nous avons décrit dans l'Annexe 3 de ce cours se trouve réalisé aujourd'hui assez souvent dans notre industrie. Les idées sur cette question étaient bien différentes il y a une quarantaine d'années.

- A la tête d'une petite raffinerie française du modèle courant avant 1914, le directeur n'était généralement assisté que d'un seul ingénieur qui supervisait toute la technique de l'usine et celui-ci laissait à des contremaîtres le soin de s'occuper des détails de l'exploitation des services chargés des fabrications, des emplissages et des expéditions. A cette époque d'ailleurs, les opérations de fabrication étaient simples, car elles se limitaient le plus souvent à une distillation fractionnée suivie éventuellement d'une rectification et d'une épuration à l'acide sulfurique et à la soude. Par contre, les emplissages en bidons et en fûts nécessitaient beaucoup de personnel.

Quand cette raffinerie a été reconstruite après la guerre de 1914, elle fut équipée de chaudières en cascades pour la distillation du pétrole brut et elle devint une usine réellement "à feu continu". On décida désormais de confier la responsabilité des opérations de fabrication, ainsi que la production des utilités à une permanence de jeunes ingénieurs qui se succédaient par postes de huit heures. Ils étaient encore peu nombreux et leurs occupations étaient très matérielles, car il avait à s'occuper de mille détails qui n'étaient jamais les mêmes que ceux de la veille. Finalement, il leur restait fort peu de temps pour se documenter et réfléchir aux perfectionnements possibles de leur industrie. Néanmoins, c'était un bon commencement de l'utilisation cohérente des ingénieurs diplômés pour le raffinage du pétrole.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Cette utilisation n'a fait que se développer par la suite et quelque temps après cette remise en route, on fit appel à des ingénieurs chimistes pour animer les différentes sections du laboratoire de contrôle. Avant 1914, les aides de laboratoire chargés d'exécuter les essais plus ou moins standard n'étaient, le plus souvent, surveillés que par un contremaître.

Quelques années plus tard, avec le développement des raffineries et l'augmentation du nombre des opérations de raffinage, les ingénieurs devinrent chefs de service et chefs de départements avec des responsabilités beaucoup plus étendues.

- C'est également entre 1920 et 1930 que l'on vit apparaître de sérieuses organisations de recherches dans les grandes sociétés intéressées au raffinage. Ces recherches concernaient surtout les procédés de fabrication et la manière d'utiliser au mieux les produits du pétrole. Depuis lors, ces organisations se sont développées considérablement et la plupart des grandes sociétés pétrolières, à ramifications internationales, font en outre de la recherche fondamentale et comptent aujourd'hui par milliers le nombre des physiciens et chimistes qu'elles emploient dans leurs laboratoires.

Quelques firmes plus modestes ou certaines filiales des précédentes ont trouvé utile aussi de créer à côté de leurs laboratoires de contrôle, une ou plusieurs sections de recherches appliquées. Le travail des physiciens et chimistes de ces sections est orienté vers l'amélioration des procédés de raffinage, vers l'adaptation des procédés en usage dans l'usine aux nouveaux pétroles bruts qu'elle peut recevoir et vers l'amélioration permanente de la qualité des produits raffinés utilisés par la clientèle.

Des essais effectués rapidement à l'échelle du laboratoire permettent souvent de hâter beaucoup les mises au point. Il peut aussi en résulter des perfectionnements, d'importance considérable, aux procédés de raffinage.

- A la même époque, quelques petites sociétés d'engineering pétrolier aux U.S.A. se développaient d'une manière très spectaculaire et mettaient sur le marché des plans de grandes unités tout à fait remarquables. Certaines de ces firmes ne se sont pas contentées de décupler depuis lors leur importance aux U.S.A., et elles ont établi de nombreuses succursales en Europe. Les raffineries françaises, en particulier, ont beaucoup bénéficié de leurs services.

Organisation de la Comptabilité

- L'industrie du raffinage progressait donc rapidement grâce aux laboratoires de recherche , aux firmes d'engineering bien organisées et enfin grâce aux équipes d'ingénieurs de toutes spécialités qu'elle utilisait désormais. Nous avons indiqué tout à l'heure comment les procédés et le matériel furent en amélioration constante. Il convient de signaler aussi que les conditions d'exploitation furent grandement facilitées par l'utilisation des machines à calculer de bureau qui commençaient à se répandre dans tous les services comptables.

Grâce à ces machines, on put désormais établir des prix de revient détaillés de chacune des opérations de raffinage et suivre de près les divers comptes de frais généraux. Auparavant, nous ne recevions que des balances globales qui nous apprenaient périodiquement combien nous avions perdu d'argent, mais sans dire ni où, ni comment. Il devint donc très intéressant à partir de ce moment là, pour les ingénieurs responsables, de voir en fin de mois les résultats de leur gestion particulière. Le détail des dépenses par rubriques telles que : salaires d'exploitation, d'entretien, matières d'approvisionnement, produits chimiques, combustibles, vapeur, électricité, etc, leur permettait enfin de voir clair dans leurs affaires.

Il en résulta rapidement une amélioration de la balance des comptes et une forte diminution des dépenses d'utilités, car pour être à même de les évaluer, il avait fallu poser un peu partout des compteurs de vapeur et d'électricité qui faisaient complètement défaut auparavant.

Services d'entretien et de sécurité

- Nous avons vu que l'utilisation des aciers alliés avait permis de maintenir les unités de fabrication en marche continue pendant plus longtemps qu'autrefois. Il en résulta un allègement sensible des charges d'entretien et on put faire face au développement des usines sans augmenter notablement les effectifs de tuyauteurs et de chaudronniers appartenant aux raffineries. Au moment des grands arrêts pour entretien annuel par exemple, on était alors amené à engager temporairement du personnel de complément à l'extérieur, afin d'écourter le plus possible la durée des nettoyages et des remises en état. On reconnut alors la nécessité d'assister l'Ingénieur chef des services d'entretien par une petite organisation efficace de préparation de travail, chargée de préciser le détail des démontages et des réparations de prévoir en quantité et en qualité le personnel à demander à l'extérieur ou à prélever sur les effectifs de l'usine et de faire approvisionner en temps voulu tout le matériel de rechange nécessaire. Elle eut

EVOLUTION DU RAFFINAGE

aussi à prévoir l'encadrement de toutes les équipes et à établir pour chacune d'elles un programme minuté des travaux qui leur étaient demandés.

- C'est à peu près à cette époque que furent aussi mis en place dans les raffineries les services d'Inspection du matériel et de sécurité. Ils avaient comme première mission de prévenir les accidents de matériel qui auraient pu blesser le personnel et mettre hors d'usage les installations. Le service d'inspection tient à jour des fiches très complètes sur tous les éléments d'installations susceptibles de s'user ou de vieillir dangereusement et ces renseignements sont fort utiles aux services d'entretien et de construction en orientant leur choix sur les métaux ou les types d'appareillages les plus résistants et les plus sûrs. Quant au service de sécurité, il s'occupe à longueur de temps de la prévention des accidents et des incendies. Il est d'autre part équipé puissamment contre le feu.

La préparation mécanique du travail

- L'augmentation continuelle des tonnages à traiter, la diversité des pétroles bruts disponibles, la nécessité de prévoir longtemps à l'avance l'approvisionnement en brut et les expéditions importantes, avaient conduit assez rapidement les raffineurs à faire un sérieux travail de planification préalable. C'est ainsi qu'ils avaient été amenés à créer, au siège social en général, une organisation en relation avec les services de vente, les raffineries et les fournisseurs de pétrole brut. Cette organisation tenant compte des demandes de produits finis établissait les prévisions à court et long terme de l'approvisionnement en pétrole brut et des productions à demander aux raffineries.

Dans les usines, on reconnaissait aussi la nécessité d'occuper à pleintemps un "ingénieur programmes" choisi parmi les bons techniciens du raffinage. Il est indispensable en effet que cet ingénieur soit parfaitement au courant du détail des opérations de fabrication des produits car ses programmes doivent tenir compte de toutes les possibilités des installations de la raffinerie.

Depuis quelques années, le travail de l'ingénieur programmes peut s'effectuer d'une manière beaucoup plus précise et beaucoup plus efficiente qu'autrefois. C'est grâce au développement des ordinateurs électroniques et des méthodes mathématiques qui permettent de bien les utiliser. Avec ces machines en effet on obtient mécaniquement et très vite, bien qu'il s'agisse d'approximations successives, le programme optimal de fabrication à partir des données que l'on a introduites dans l'appareil à l'aide de cartes perforées.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Ces données sont les caractéristiques et les prix des pétroles bruts disponibles, les spécifications des produits finis, les rendements et les coûts des opérations de raffinage dans les unités de l'usine etc. Les méthodes employées ne mettent en œuvre que des équations, inéquations et fonctions du premier degré et elles constituent ce qu'on a alors appelé la programmation linéaire.

D'autres machines permettent la simulation des opérations. Elles rendent de bons services, mais il faut avoir recours à la programmation linéaire pour obtenir un schéma d'opérations qui corresponde à coup sûr au meilleur prix de revient, compte tenu des données ci-dessus.

Tâches du service développement

- Beaucoup de dirigeants de raffineries tiennent maintenant à disposer d'un service de développement appelé quelquefois du nom plus général de service technique ou de service d'études. Les tâches de ce service s'insèrent aujourd'hui comme il suit dans l'organisation de la conduite de l'usine.

Supposons, par exemple, que la direction de celle-ci veuille savoir quels seraient les changements à apporter à une unité de raffinage ou à son mode d'emploi pour augmenter sa production, améliorer la qualité d'un des produits qu'elle élabore ou encore diminuer son coût d'exploitation. Si la demande d'étude est faite à l'ingénieur de fabrication chargé de l'exploitation de l'unité, on peut être certain que le résultat sera long à obtenir car cet ingénieur, occupé toute la journée par ses responsabilités de production, de commandement, de sécurité, etc, n'a généralement pas le temps ni la tranquillité d'esprit convenables pour mener à bien des études souvent fort ardues et peuvent nécessiter de nombreux essais et de mesures, soit au laboratoire, soit sur l'unité elle-même.

On est donc amené à confier la résolution des problèmes de ce genre aux ingénieurs attachés au service développement de la raffinerie, qui comprend autant de spécialistes qu'il est nécessaire (distillation fractionnée, cracking, traitements par solvants, utilités, etc). Ils vont travailler dans l'installation intéressée avec leur collègue qui reste, bien entendu, responsable de la bonne marche de celle-ci. Du fait qu'ils sont eux-mêmes entièrement dégagés des soucis de la production journalière, ils peuvent passer à leur guise de l'unité au laboratoire, à leur bureau, à la bibliothèque ou au bureau de dessin sans être à chaque instant rappelés à pied d'œuvre comme le serait l'ingénieur responsable de l'installation. N'ayant à s'occuper que

EVOLUTION DU RAFFINAGE

de leurs études, ils peuvent aboutir d'autant plus vite au résultat cherché que, travaillant toujours dans la même spécialité, ils ont généralement à traiter des problèmes très proches les uns des autres.

La bonne utilisation des ingénieurs de développement par la direction de l'usine ou les principaux chefs de service permet de réaliser des progrès incomparablement plus rapides qu'avec les anciennes organisations de type un peu militaire qui concentraient sur la même personne trop de responsabilités et trop de problèmes à résoudre.

Ce sont, avouons-le, les exemples américains et anglais qui nous ont incités à mettre en place ce genre d'aide aux ingénieurs exploitants. Le Français est assez individualiste et il aime bien être le maître chez lui, aussi a-t-on souvent constaté la première fois qu'on en a fait l'essai, que certains ingénieurs de fabrication par exemple, accueillaient sans transports de joie, le collègue que la Direction leur envoyait pour les aider à résoudre quelque problème concernant leurs installations.

Il est juste de dire que les préventions, quand il y en a eues, sont tombées bien rapidement et que l'expérience maintenant cent fois répétée dans nos raffineries, a convaincu les cadres d'exploitation de la valeur de cette aide. Une précaution est à prendre cependant, c'est de choisir ces ingénieurs, non seulement parmi les bons techniciens dans le domaine où on veut les spécialiser, mais aussi parmi ceux dont les qualités humaines et l'aptitude à travailler en collaboration avec d'autres sont évidentes.

Stabilisation de la main d'œuvre

- Si l'encadrement des usines a considérablement amélioré son efficacité au cours des années, comme nous venons de le voir, il y a eu aussi des progrès très sérieux de la main d'œuvre ouvrière dans son adaptation à la conduite des installations de raffinage. Entre les années 20 et 30, le personnel ouvrier de la raffinerie du Nord où je me trouvais, se renouvelait de 5 à 10 % chaque mois et je suppose qu'il en était de même dans beaucoup d'autres usines. Le service d'embauche engageait chaque jour des ouvriers manœuvres et pendant le même temps un nombre équivalent d'autres manœuvres, entrés quelques jours ou quelques mois plus tôt, quittaient délibérément la raffinerie pour chercher fortune ailleurs. Ce courant voyageur devait diminuer sensiblement après 1930 et disparaître complètement 2 ou 3 ans plus tard. Il devint possible de stabiliser les équipes et par la suite d'entreprendre dans chaque usine une véritable formation professionnelle des ouvriers aux emplois qui nécessitent une bonne spécialisation.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Il n'y a d'ailleurs pratiquement plus d'ouvriers manœuvres ordinaires dans les raffineries, alors qu'on disposait autrefois d'un fort contingent de ce personnel pour toutes sortes de manutentions plus ou moins prévues à l'avance. Aujourd'hui, avec nos programmes de fabrication bien précis, nos unités à fonctionnement continu, avec nos services d'inspection du matériel et d'entretien préventif, la part de l'imprévu est vraiment réduite à peu de chose et pour y faire face il est généralement facile de louer temporairement de la main d'œuvre à des entreprises extérieures.

Simplification par regroupement

- Une évolution semble se préparer en ce moment vers le groupement des opérations de raffinage, qui conduit à mettre en commun certains matériels et certains bâtiments dans les usines. Les unités, souvent alimentées alors les unes par les autres, doivent être considérées comme des sections à peine autonomes d'un ensemble de raffinage. Il y a déjà des exemples de rassemblement de toutes les unités concourant à l'épuration des huiles lubrifiantes avec une seule salle de contrôle pour toutes les unités. On peut voir aussi, dans certaines raffineries, que tous les instruments de mesure et de contrôle des topping, cracking, reforming, alkylation, etc, sont réunis dans une même salle et que les produits d'une unité sont quelquefois pompés directement pour en alimenter une autre. Il en résulte une réduction sensible des effectifs attachés aux installations de fabrication.

Il est incontestable aussi que le coût de construction d'une raffinerie ainsi conçue est moins élevé que celui d'une usine bâtie en unités complètement indépendantes et associées à des réservoirs de produits intermédiaires, suivant nos conceptions d'hier. Elle s'exploite aussi plus économiquement à condition que les programmes de fabrication restent à peu près dans la ligne de ceux pour lesquels elle a été calculée. Ce système est par contre moins adaptable que l'ancien aux variations de qualités des matières premières et aux changements dans les proportions ou les spécifications des produits finis.

Une société qui dispose de plusieurs raffineries aura probablement avantage à équiper ainsi les dernières usines construites, car il lui sera en général possible de faire face aux principaux changements survenus dans les pétroles bruts ou dans le marché des produits finis grâce à ses usines les plus anciennes et sans avoir ainsi à changer sensiblement le programme de fabrication de ses raffineries simplifiées.

EVOLUTION DU RAFFINAGE

Il va sans dire que les services de recherches appliquées et de développement des anciennes usines peuvent apporter leurs concours à leurs jeunes sœurs et celles-ci, peuvent alors, sans inconvénient, se contenter d'un encadrement moins étoffé et d'une main d'œuvre moins nombreuse.

CONCLUSION

Voilà donc, à grands traits, comment ont évolué le raffinage, les raffineries et les raffineurs de pétrole pendant ces quatres dernières décades.

Notre industrie a cent deux ans, ce qui n'est assurément pas un grand âge si on le compare à celui de l'industrie du verre par exemple, qui était déjà très florissante, paraît-il, chez les phéniciens. Mais quand on mesure le chemin parcouru en si peu de temps et qu'on voit les "bottes de sept lieues" qu'ont chaussées tant de jeunes raffineurs enthousiastes, on est bien sûr que les merveilleux progrès d'hier seront largement dépassés par ceux de demain.

INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE
1 et 4, avenue de Bois-Préau
RUEIL-MALMAISON (Seine-et-Oise)

